

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
 федеральное государственное автономное  
 образовательное учреждение высшего образования  
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа **Инженерная школа природных ресурсов**  
 Направление подготовки **18.03.01 Химическая технология**  
 Отделение школы (НОЦ) **Отделение химической инженерии**

### БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Исследование состава легкого атмосферного газойля методом хромато масс спектрометрии

УДК 665.752:543.51

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
2Д6В	Самойлов Евгений Романович		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Кривцова Н.И.	к.т.н., доцент		

### КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Якимова Т.Б.	к.э.н., доцент		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Сечин А.А.	к.т.н.		

По проведению хроматомасс-спектрометрического анализа

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Научный сотрудник	Гринько А.А.	к.т.х.		

### ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Юрьев Е.М.	к.т.н., доцент		

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
 федеральное государственное автономное  
 образовательное учреждение высшего образования  
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа **Инженерная школа природных ресурсов**  
 Отделение школы (НОЦ) **Отделение химической инженерии**  
 Направление подготовки **18.03.01 Химическая технология**  
 Профиль **Химическая технология подготовки и переработки нефти и газа**

УТВЕРЖДАЮ:  
 Руководитель ООП  
 \_\_\_\_\_  
 (Подпись) (Дата) **Юрьев Е.М.**  
 (Ф.И.О.)

### ЗАДАНИЕ

#### на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Бакалаврской работы
---------------------

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

Группа	ФИО
2Д6В	Самойлов Евгений Романович

Тема работы:

Исследование состава легкого атмосферного газойля методом хромато масс спектрометрии	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	№ 153-53/с от 01.06.2020
Срок сдачи студентом выполненной работы:	

### ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<b>Исходные данные к работе</b> <i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i>	Объекты исследования – легкий атмосферный газойль и вакуумный газойль. Методика проведения процесса гидроочистки на лабораторной каталитической установке, методы анализа путем колоночной жидкостной хроматографии и ХМС.
--	--

<p><b>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</b>  <i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<p>Введение  1 Литературный обзор –  хроматографические методы анализа, теоретические основы процесса гидроочистки  2 Объекты и методы исследования  3 Результаты проведенного анализа  4 Финансовый менеджмент,  ресурсоэффективность и ресурсосбережение  5 Социальная ответственность  Заключение</p>
<p><b>Перечень графического материала</b>  <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p>	
<p><b>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</b>  <i>(с указанием разделов)</i></p>	
<p><b>Раздел</b></p>	<p><b>Консультант</b></p>
<p>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</p>	<p>Якимова Т.Б.</p>
<p>Социальная ответственность</p>	<p>Сечин А.А.</p>
<p>Проведение хроматомасс-спектрометрического анализа</p>	<p>Гринько А.А.</p>
<p><b>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</b></p>	

<p><b>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</b></p>	
--	--

**Задание выдал руководитель:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОХИ	Кривцова Надежда Игоревна	к.т.н., доцент		

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
2Д6В	Самойлов Евгений Романович		

# ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>
2Д6В	Самойлову Евгению Романовичу

<b>Школа</b>	Инженерная школа природных ресурсов	<b>Отделение школы (НОЦ)</b>	Отделение химической инженерии
<b>Уровень образования</b>	Бакалавриат	<b>Направление/специальность</b>	18.03.01 Химическая технология

## Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. Стоимость ресурсов исследования: материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Стоимость выполняемых работ, материальных ресурсов, согласно применяемой техники и технологии, в соответствии с рыночными ценами. Оклады в соответствии с окладами сотрудников «НИ ТПУ»
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	- районный коэффициент- 1,3; - коэффициент дополнительной заработной платы – 0,15; - норма амортизации 25%
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	В соответствии с налоговым кодексом Российской Федерации. Отчисления во внебюджетные фонды – 30,2 %

## Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения исследования с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	Анализ потенциальных потребителей, анализ конкурентных технических решений, оценка готовности проекта к коммерциализации
2. Планирование и формирование бюджета проекта	Определение этапов работ; определение трудоемкости работ; разработка графика Ганта Определение затрат на проектирование (смета затрат)
3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	Оценка эффективности проекта

## Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. Карта сегментирования рынка
2. Оценка конкурентоспособности технических решений
3. Матрица SWOT
4. Календарный план график проведения работ

## Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

## Задание выдал консультант:

<b>Должность</b>	<b>ФИО</b>	<b>Ученая степень, звание</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
Доцент ОСГН	Якимова Татьяна Борисовна	К.Э.Н.		

## Задание принял к исполнению студент:

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
2Д6В	Самойлов Евгений Романович		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА  
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»**

Студенту:

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>
2Д6В	Самойлову Евгению Романовичу

<b>Школа</b>	Инженерная школа природных ресурсов	<b>Отделение школы (НОЦ)</b>	Отделение химической инженерии
<b>Уровень образования</b>	Бакалавриат	<b>Направление/специальность</b>	18.03.01 Химическая технология

Тема ВКР:

<b>Моделирование жидкофазного процесса алкилирования изобутана бутиленом</b>	
<b>Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:</b>	
1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	Объект исследования – процесс алкилирования изобутана бутиленом. Область применения – нефтехимическая промышленность.
<b>Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:</b>	
<b>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>– специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства;</li> <li>– организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– "Трудовой кодекс Российской Федерации" от 30.12.2001 N 197-ФЗ</li> <li>– СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы.</li> <li>– СНиП 21-01-97 Пожарная безопасность зданий и сооружений</li> </ul>
<b>2. Производственная безопасность:</b> 2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов 2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия	Анализ вредных факторов: <ul style="list-style-type: none"> <li>– Отклонение показателей микроклимата;</li> <li>– Статические физические перегрузки;</li> <li>– Нервно-психические перегрузки;</li> <li>– Перегрузка зрительного аппарата;</li> <li>– Повышенный уровень шума;</li> <li>– Недостаточная освещенность рабочей зоны;</li> </ul> Анализ опасных факторов: <ul style="list-style-type: none"> <li>– Электрический ток;</li> <li>– Пожарная безопасность;</li> </ul>
<b>3. Экологическая безопасность:</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– На литосферу оказывают влияние отходы, образующиеся при выполнении работ: бумага, пластик, отработанные люминесцентные лампы и т.д.</li> </ul> Основной задачей предотвращения влияния является подбор способов их утилизации. На гидросферу и атмосферу в процессе разработки математической модели влияние минимально.

<b>4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:</b>	Возникновение ЧС, требующих обеспечения электро- и пожаро- взрывобезопасности на рабочем месте. Перечень возможных ЧС: - пожар;
--	---

<b>Дата выдачи задания для раздела по линейному графику</b>	
---	--

**Задание выдал консультант:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент отделения общетехнических дисциплин	Сечин Андрей Александрович	Кандидат технических наук		

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
2Д6В	Самойлов Евгений Романович		

**ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ООП 18.03.01 «Химическая технология»**

<b>Код результата</b>	<b>Результат обучения (выпускник должен быть готов)</b>
P1	Применять базовые и специальные, математические, естественнонаучные, социально-экономические и профессиональные знания в профессиональной деятельности.
P2	Применять знания в области современных химических технологий для решения производственных задач.
P3	Ставить и решать задачи производственного анализа, связанные с созданием и переработкой материалов с использованием моделирования объектов и процессов химической технологии.
P4	Разрабатывать технологические процессы, проектировать и использовать новое оборудование химической технологии
P5	Проводить теоретические и экспериментальные исследования в области современных химических технологий
P6	Внедрять, эксплуатировать и обслуживать современное высокотехнологичное оборудование, обеспечивать его высокую эффективность, соблюдать правила охраны здоровья и безопасности труда на химико-технологическом производстве, выполнять требования по защите окружающей среды.
P7	Демонстрировать знания социальных, этических и культурных аспектов профессиональной деятельности.
P8	Самостоятельно учиться и непрерывно повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности.
P9	Активно владеть иностранным языком на уровне, позволяющем разрабатывать документацию, презентовать результаты профессиональной деятельности.
P10	Эффективно работать индивидуально и в коллективе, демонстрировать ответственность за результаты работы и готовность следовать корпоративной культуре организации.

## Реферат

Выпускная классификационная работа содержит 82 страницы, 28 рисунков, 23 таблицы, 28 источников литературы, 2 приложения.

Ключевые слова: атмосферный газойль, вакуумный газойль, хроматомасс-спектрометрический анализ, гидроочистка, содержание серы, парафины, изо-парафины, ароматические соединения, нафтены, лабораторная каталитическая установка гидроочистки, гидрооблагораживание.

Объектом исследования являются атмосферный и вакуумный газойли, используемые на установке гидроочистки.

Цель работы – исследование атмосферного и вакуумного газойля на групповой состав.

В ходе работы был проведен процесс гидрооблагораживания, найдено общее содержание серы, парафинов и изо-парафинов, нафтенных и ароматических соединений до и после проведения процесса гидроочистки методом хроматомасс-спектрометрического анализа.

Основной метод, используемый в работе – метод хроматомасс-спектрометрического анализа.

Степень внедрения: полученные данные могут быть применены для составления схем превращения, используемых в создании модели процесса гидроочистки.

Область применения: хроматомасс-спектрометрический анализ сырья на групповой состав.

В будущем планируется провести более глубокий анализ по исследованию сырья на содержание моно-, ди- и полиароматических и серосодержащих соединений, а также показать зависимость изменения группового состава от технологических параметров проведения процесса гидроочистки.



## Содержание

Введение .....	11
1 Методы аналитического анализа веществ .....	12
1.1 Хроматографические методы анализа .....	13
1.1.1 Ионнообменная хроматография .....	14
1.1.2 Плоскостная хроматография.....	15
1.1.3 Газовая хроматография .....	16
1.1.4 Жидкостная хроматография.....	19
1.2 Оптические методы анализа .....	20
1.3 Масс-спектрометрия .....	22
1.4 Гибридные методы .....	26
1.4.1 Газовая хроматомасс-спектрометрия .....	26
1.4.2 Жидкостная хроматомасс-спектрометрия .....	27
2 Теоретические основы процесса гидроочистки .....	29
2.1 Химизм процесса гидроочистки.....	29
2.2 Влияние технологических параметров .....	29
2.3 Технологическая схема процесса .....	30
3 Объекты и методы исследования .....	32
3.1 Характеристика объекта исследования .....	32
3.2 Описание лабораторной каталитической установки.....	32
3.3 Проведение процесса гидроочистки .....	34
3.4 Опеределение массового содержания общей серы .....	36
3.5 Разделение проб путем колоночной жидкостной хроматографии .....	36
3.6 Проведение хроматомасс-спектрометрии.....	37
4 Результаты и обсуждение .....	40
5 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение ...	48
5.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсоснабжения .....	48
5.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования .....	48

5.1.2 Анализ конкурентных технических решений .....	49
5.1.3 SWOT – анализ .....	50
5.2 Планирование исследовательских работ .....	53
5.2.1 Структура работ в рамках исследовательского проекта .....	53
5.2.2 Разработка графика проведения исследовательского проекта .....	55
5.2.3 Бюджет исследовательского проекта .....	55
6 Социальная ответственность .....	60
6.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности .....	60
6.2 Производственная безопасность .....	63
6.3 Экологическая безопасность .....	69
6.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях .....	70
Заключение .....	72
Список использованной литературы .....	73
Приложение А .....	76
Приложение Б .....	80

## ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время основной задачей нефтеперерабатывающей промышленности является получение высококачественной продукции. Одной из важных характеристик дистиллятных фракций является групповой состав, от которого в основном и зависят свойства получаемых топлив. Следовательно, необходим отбор проб и определение группового состава различными аналитическими методами анализа.

Среди всех множеств химических, физических и физико-химических методов анализа наиболее точным и надежным методом является хроматомасс-спектрометрический анализ. С помощью данного метода анализа возможно не только идентифицировать в исследуемой пробе нефтепродукта отдельные компоненты, а также определить их количественное содержание. Таким образом, хроматомасс-спектрометрия дает возможность определять качественный и количественный состав анализируемого сырья.

Полученные данные об изменении состава сырья и продукта в ходе процесса гидроочистки дают возможность понимания схемы реакций, проходящих в реакторе, что позволяет написать математическую модель описания процесса.

Целью данной дипломной работы являлся анализ атмосферного и вакуумного газойлей на групповой состав методом хроматомасс-спектрометрии до и после проведения процесса гидроочистки.

Для получения конечного результата были поставлены следующие задачи:

1. Проведение процесса гидроочистки на лабораторной каталитической установке гидроочистки
2. Определение содержания серы в полученных пробах с помощью энергодисперсионной рентгеновской люминесцентной спектрометрии
3. Подготовка проб для анализа
4. Проведение хроматомасс-спектрометрического анализа.

## 1. МЕТОДЫ АНАЛИТИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ

Методы анализа основываются на определении физического или химического свойства вещества (аналитического сигнала), зависящего от природы и содержания вещества в пробе.

Все методы анализа разделены на:

- Химические
- Физические
- Физико-химические. [4]

Химические методы основаны на проведении химической реакции. В качестве аналитического сигнала в химических методах выступает либо масса вещества, либо объем реактива – титранта [4].

Физические методы основаны на фиксировании физических свойств (ядерные, спектральные, оптические), как аналитического сигнала, при этом нет необходимости в проведении химической реакции.

В физико-химическом методе аналитическим сигналом также является физическое свойство вещества, но получение этого сигнала происходит при проведении химической реакции. Чтобы измерить сигнал необходимо прибегнуть к применению различных приборов.

Современные физико-химические методы анализа дают возможность выполнять одновременно количественный и качественный анализ одновременно в одной и той же пробе. При чем современные физико-химические методы анализа не уступают в точности классическим.

Но физико-химические методы анализа обладают рядом недостатков, например, дороговизна, потребность в эталонах. Поэтому классические методы анализа по-прежнему не потеряли своего значения и применяются там, где нет ограничений в скорости выполнения анализа и требуется высокая его точность при высоком содержании анализируемого компонента [4].

Рассмотрим основные методы, используемые для анализа углеводородного сырья - хроматографические и оптические методы анализа.

## 1.1 Хроматографические методы анализа

Хроматография – это физико-химический метод разделения веществ, основанный на распределении компонентов между двумя фазами – подвижной и неподвижной [2]. В качестве подвижной фазы используются газы или жидкости. Неподвижная фаза представляет собой твердое вещество или пленка жидкости, которая наносится на твердую поверхность.

Подвижная фаза представляет собой газовую или жидкую фазу, которая протекает через неподвижную фазу. Неподвижной фазой же служит твердое вещество, либо пленку жидкости, нанесенную на твердое вещество.

Хроматография – динамический метод, связанный с многократным повторением сорбционных и десорбционных процессов, так как разделение происходит в потоке подвижной фазы, что обеспечивает эффективность хроматографического метода по сравнению с методами сорбции в статических условиях [2].

Хроматография дает ряд возможностей:

- Разделение неорганических и органических веществ на отдельные компоненты
- Очищение веществ от примесей
- Концентрирование веществ из сильно разбавленных растворов.

Хроматографические методы анализа классифицируют по нескольким признакам:

- агрегатное состояние фаз
- механизм взаимодействия сорбент-сорбат
- способы проведения хроматографического анализа
- аппаратное оформление процесса хроматографирования
- цель хроматографирования.

По агрегатному состоянию фаз хроматографию разделяют на газовую и жидкостную.

По механизму взаимодействию сорбента и сорбата различают

распределительную, ионообменную, осадочную, аффинную, абсорбционно-комплексообразовательную хроматографии.

По технике выполнения выделяют колоночную и плоскостную хроматографии.

В зависимости от цели проведения хроматографического процесса различают аналитическую, препаративную, промышленную хроматографии.

По способам проведения анализа подразделяют хроматографию на три вида [2]:

- фронтальный
- проявительный
- вытеснительный.

### **1.1.1 Ионообменная хроматография**

Ионообменная хроматография основана на обратимом стехиометрическом обмене ионов, содержащихся в хроматографируемом растворе, на ионы веществ, которые называются ионитами или ионообменниками [2].

В основном данный метод используется для разделения ионов. Простейшая методика разделения заключается в поглощении смеси компонентов и последовательном элюировании каждого компонента подходящим растворителем. Иониты используют также в водоподготовке (умягчение воды, опреснение морской воды); в гидрометаллургии и гальванотехнике (селективное извлечение ценных металлов из производственных растворов и сточных вод; в пищевой и гидролизной промышленности (очистка сахаросодержащих растворов, осветление плодово-ягодных соков и т.д.); в медицине и фармацевтической промышленности (очистка лекарственных препаратов, антибиотиков) .

### 1.1.2 Плоскостная хроматография

Плоскостная хроматография делится на два вида:

- бумажную
- тонкослойную.

Эти два типа жидкостной хроматографии отмечаются быстротой и простой по техники выполнения, а также своей экономичностью

В тонкослойной хроматографии в качестве подвижной фазы используют различные растворители или их смеси, кислоты неорганического или органического происхождения [2]. При выборе растворителя учитывается природа сорбента и свойства анализируемых соединений.

Есть следующие способы получения хроматограммы в ТСХ:

- восходящий
- нисходящий
- горизонтальный
- круговой.

При использовании восходящего способа раствор образца наносят микропипеткой на небольшом расстоянии от края пластинки на стартовую линию, и край пластинки погружают в растворитель, который действует как подвижная фаза жидкостной адсорбционной хроматографии. Под действием капиллярных сил растворитель поднимается вверх по пластинке и с разной скоростью переносит за собой компоненты смеси, что приводит к их пространственному разделению. [2]

При применении нисходящей хроматографии передвижение растворителя происходит по слою вниз, в отличие от восходящей, под действием капиллярных и гравитационных сил.

Горизонтальная хроматография выполняется в виде круговой и со свободным испарением растворителя.

В круговой хроматографии в центр горизонтально установленной пластинки вносят каплю анализируемой смеси и непрерывно подают растворитель, который под действием капиллярных сил движется в

радиальном направлении от центра. Компоненты смеси располагаются в слое в виде концентрических колец.

В бумажной хроматографии вместо пластинок с нанесенным тонким слоем сорбента используется специальная хроматографическая бумага. Такая бумага должна являться химически чистой, нейтральной, инертной по отношению к компонентам раствора и подвижной фазе и быть однородной. По проведению основных операций бумажная хроматография схожа с тонкослойной.

Растворители подвижной и неподвижной фаз не должны смешиваться, состав растворителя в процессе хроматографирования не должен изменяться, растворители должны легко удаляться с бумаги [2].

По технике выполнения различают несколько видов БХ:

- одномерную
- двумерную
- круговую
- электрофоретическую.

### **1.1.3 Газовая хроматография**

Газовая хроматография — это вариант хроматографии, в котором подвижной фазой является инертный газ (газ-носитель), протекающий через неподвижную фазу, обладающую большой поверхностью. Обычно в качестве подвижной фазы используют гелий, азот, аргон, водород, диоксид углерода или воздух. Газ-носитель должен быть инертным по отношению к разделяемым веществам и сорбенту, взрывобезопасным и достаточно чистым. Выбор газа-носителя в каждом конкретном случае должен обеспечивать соответствие его физических свойств получению высокой эффективности колонки и достаточной чувствительности детектора. [2]

Классификация ГХ по агрегатному состоянию неподвижного слоя:

- газо-адсорбционная
- газожидкостная.



В газо-адсорбционной хроматографии в качестве неподвижной фазы применяют различные адсорбенты – высокодисперсные искусственные или природные тела с высокой удельной поверхностью ( $10\text{--}1000 \text{ м}^2/\text{г}$ ), поглощающие газы или пары [2]. Адсорбент при этом должен обладать следующими свойствами:

- селективностью
- химической инертностью
- механической прочностью.

Основные адсорбенты, применяющиеся в газо-адсорбционной хроматографии:

- силикагели
- активированный уголь
- оксиды алюминия
- цеолиты
- пористые полимеры
- пористые стекла.

В газожидкостной хроматографии неподвижной фазой служит практически нелетучая при температуре колонки жидкость, нанесенная на твердый носитель. Количество жидкой фазы составляет 5-30% от массы твердого носителя. [2]

К жидкой фазе при этом предъявляется ряд жестких требований:

- способность растворения компонентов смеси
- инертность
- малая летучесть
- высокая селективность
- термоустойчивость
- способность образовывать равномерную пленку при нанесении на

носитель

- небольшая вязкость.

Ещё одна важная характеристика жидкой фазы – температурные пределы применения. Нижний температурный предел – минимальная рабочая температура, соответствующая застыванию жидкой фазы. Как правило минимальную рабочую температуру берут больше на 10-15 °С температуры застывания. Верхний температурный предел – максимальная допустимая рабочая температура (МДРТ) жидкой фазы, выше которой она начинает разрушаться, при этом образуются летучие соединения, уносимые из колонки. Необходимо работать с жидкой фазой при температурах на 20-30°С ниже МДРТ.

В качестве твердого носителя жидкой фазы обычно выбирают инертное твердое вещество. Основным назначением твердого носителя является удержание жидкой фазы в виде тонкой однородной пленки.

Рассмотрим блок-схему газового хроматографа (рисунок 1):

- Устройство подготовки пробы для хроматографического анализа (обогащение, концентрирование, пиролиз)
- Баллон с газом-носителем и блок подготовки газа-носителя, включающий в себя очистку газа, установку расхода газа или давления, измерение расхода газа
- Устройство для ввода пробы и для ее испарения – дозаториспаритель
- Блок анализатора, включающий в себя хроматографическую колонку и термостат колонки, регулирующий нужную температуру и измеряющий её
- Детектор, преобразующий изменение состава компонентов в электрический сигнал.
- Регистратор, записывающий результаты хроматографического анализа
- Электронный интегратор, автоматически фиксирующий площадь пика и время его выхода; цифропечатающее устройство, дисплей [2].

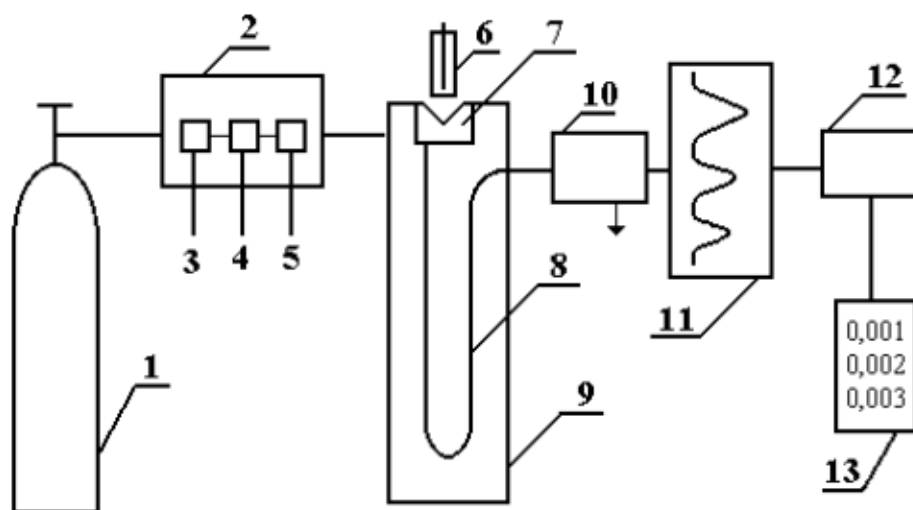


Рисунок 1 – Блок-схема газового хроматографа

1 – баллон с сжатым газом; 2 – блок подготовки газа-носителя; 3 – регулятор расхода газа; 4 – измеритель расхода газа; 5 – фильтр; 6 – микрошприц для введения пробы; 7 – испаритель; 8 – хроматографическая колонка; 9 – термостат; 10 – детектор; 11 – самописец; 12 – интегратор; 13 – цифropечатающее устройство [2];

Газовые аналитические (лабораторные) хроматографы предназначены для разделения и анализа исследуемых смесей. Это хроматографы марок ХЛ-3, ЛХМ-8МД, ЛХМ-80, модели лабораторных хроматографов, объединенных общим названием «Цвет-100». В настоящее время разработаны аналитические газовые хроматографы серии «Цвет500», «Цвет-500М», «Цвет-2000», «Милихром АО2».

Кроме аналитических имеются промышленные хроматографы двух типов: автоматические – для контроля производственных процессов (ХТП-63, ХПА-4, ХП-499) и препаративные – для получения чистых веществ (Эталон-1).

#### 1.1.4 Жидкостная хроматография

Жидкостная хроматография (ЖХ) – это метод разделения и анализа сложных смесей веществ, в котором подвижной фазой служит жидкость. Метод ЖХ применим для разделения более широкого круга веществ, чем метод ГХ, поскольку большинство веществ не обладает летучестью, многие из них неустойчивы при высоких температурах. [2]

Жидкая подвижная фаза, в сравнении от газа в ГХ, выполняющего только транспортную функцию, является активным элюентом. Молекулы жидкой фазы могут сорбироваться на поверхности неподвижной фазы. При прохождении через колонку нужные нам молекулы компонента, находящиеся в элюенте, должны вытеснить молекулы элюента с поверхности сорбента. [2]

Существует несколько вариантов жидкостной хроматографии:

- адсорбционная
- распределительная
- эксклюзионная.

В адсорбционном варианте в зависимости от полярности неподвижной и подвижной фаз различают нормально-фазовую (НФХ) и обращенно-фазовую (ОФХ) хроматографии. В НФХ используют полярный адсорбент и неполярные подвижные фазы. В ОФХ – неполярный адсорбент и полярные подвижные фазы.

Метод распределительной хроматографии основан на распределении вещества между двумя несмешивающимися жидкостями, как это происходит в многократной ступенчатой экстракции.

Эксклюзионная хроматография – это разновидность жидкостной хроматографии, в которой разделение компонентов основано на распределении молекул в соответствии с их размером между растворителем, находящимся в порах сорбента, и растворителем, протекающим между его частицами [2].

## **1.2 Оптические методы анализа**

Оптические методы основаны на взаимодействии электромагнитного излучения с веществом. Это взаимодействие сопровождается явлениями, из которых наиболее важны испускание, поглощение и рассеяние излучения [3]. Возникающие при этом сигналы несут качественную и количественную информацию о веществе. Частота сигнала отражает специфические свойства вещества, его природу, а интенсивность сигнала связана с количеством

анализируемого соединения.

Оптические методы включают в себя большую группу спектральных методов анализа. Для наблюдения и исследования получаемых сигналов используются различные физические закономерности [3]. Благодаря этому методы спектроскопии позволяют получать детальную информацию о составе, строении и количественном содержании исследуемых веществ.

Спектроскопические методы разделяют на атомные и молекулярные. Это зависит от того, какими частицами формируются аналитический сигнал. Методы, основанные на излучении низких энергий (сопоставимых с энергиями химических связей или меньше их), являются методами молекулярного анализа, а методы, использующие излучение высоких энергий, относятся к атомным (элементным) [3].

Классификация методов атомной спектromетрии:

- атомно-эмиссионная спектromетрия (АЭС) основана на испускании излучения атомами, возбужденными кинетической энергией плазмы, дугового или искрового разряда
- атомно-флуоресцентная спектроскопия (АФС) использует испускание излучения атомами, возбужденными электромагнитным излучением от внешнего источника
- атомно-абсорбционная спектроскопия (ААС) основана на поглощении невозбужденными атомами излучения от внешнего источника
- рентгеновская спектроскопия основана на возбуждении внутренних электронов молекул, при этом не требуется предварительной атомизации пробы
- электронная спектроскопия – рентгено-фотоэлектронный (РФЭС) и оже-электронный (ОЭС) методы основаны на испускании электронов с поверхности образца под воздействием пучка рентгеновского излучения или электронов [3].

Общим для всех методов атомной спектromетрии является атомизация пробы.

Классификация методов молекулярной спектроскопии:

- молекулярная абсорбционная спектроскопия, основанная на поглощении световой энергии молекулами или сложными ионами
- нефелометрия и турбидиметрия, основанные на измерении рассеянного или поглощенного света взвешенными частицами анализируемого вещества
- флуориметрия основана на измерения излучения после возбуждения молекул светом
- магнитная резонансная спектроскопия основана на получении сигналов от молекул, находящихся в магнитном поле
- спектроскопия диффузионного отражения, основанная на измерении света, отраженного твердым окрашенным образцом.

### 1.3 Масс-спектрометрия

Масс-спектрометрия - физический метод, основанный на ионизации молекул изучаемого вещества с последующим разделением ионов по величине отношения массы к заряду и детектированием [1].

Масс-спектрометрия – этот метод измерения отношения массы заряженных частиц к их заряду ( $m/z$ ).

При выполнении масс-спектрометрического анализа необходимо перевести образец в ионизированную форму, после чего происходит разделение ионов по отношению  $m/z$  и регистрация этих ионов. При использовании масс-спектрометрического анализа можно получить сведения для определения молекулярной массы, молекулярной формулы или элементного состава и структуры молекул.

Аппаратурное оформление масс-спектрометра представлено на рисунке 2.

По масс-спектру получают сведения о составе образца и структуре его молекул, а для определения количественного состава используется величина тока.

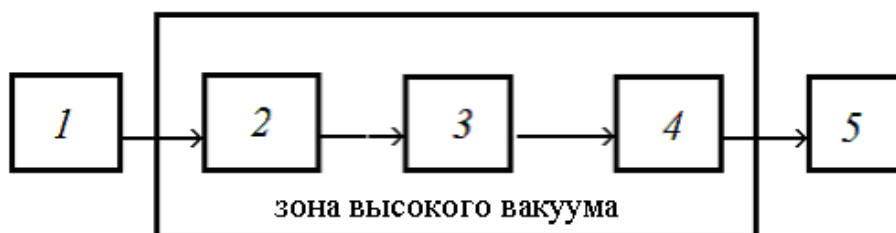


Рисунок 2 – Блок-схема масс-спектрометра

1 – система ввода образца; 2 – ионный источник; 3 – масс-анализатор; 4 – детектор; 5 – измерительное или регистрирующее устройство [1].

Как правило масс-спектр представляется в графическом виде (рисунок 3).

На графике по оси абсцисс откладывается отношение массы иона к его заряду,  $m/z$ , а по оси ординат – интенсивность, характеризующая относительное количество ионов данного вида. Интенсивность выражается в процентах по отношению к полному ионному току (суммарной интенсивности всех ионов в масс-спектре) или по отношению к максимальной интенсивности ионного тока в масс-спектре. [1]

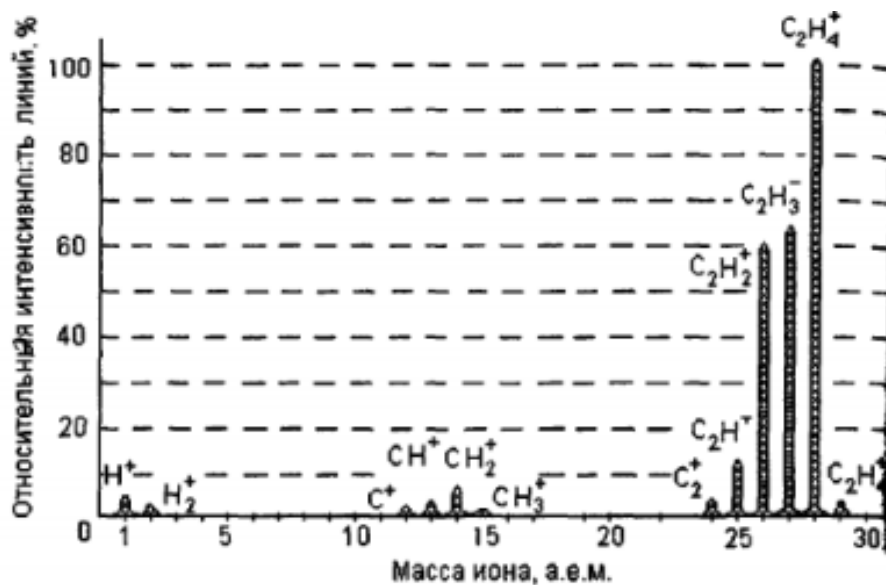


Рисунок 3 – Масс-спектр этилена [1]

Рассмотрим узлы, из которых состоит масс-спектрометр

В масс-спектрометрии используются три вида системы ввода пробы:

- холодные или обогреваемые стеклянные резервуары с натекателями

- различные штоки для ввода через вакуумный шлюз
- системы, соединяющие масс-спектрометр с хроматографом в режиме on-line.

Есть несколько способов ионизации, которые классифицируются по фазам, в которых находятся вещества перед ионизацией.

Электронный удар – довольно старый, но широко используемый в современной масс-спектрометрии метод ионизации органических соединений. Для того, чтобы ионизовать органическое вещество его из конденсированной фазы переводят в газовую [4]. Пары образца подвергают бомбардировке ускоренными электронами. Источником электронов служит электрически нагретая вольфрамовая или рениевая нить.

В случае химической ионизации источник ионов заполняется газом при повышенном давлении, из которого в результате ионизации под действием электронного удара генерируются ионы. Определяемые молекулы ионизируются непосредственно за счет ряда реакций ионами реагентного газа. [4]

При ионизации электрораспылением поток жидкой фазы направляется в иглу диаметром 0,1 мм, которая находится под высоким потенциалом, около 6 кВ [4]. На выходе из иглы образуется аэрозоль из заряженных капель, имеющих высокий поверхностный заряд.

При химической ионизации при атмосферном давлении поток образца направляется в распылитель, где он превращается в мелкодисперсный аэрозоль под действием нагретого газа. Происходит термораспыление. После испарения растворителя из капелек аэрозоля поток поступает в область ионизации. В режиме ХИАД потенциал прикладывается не к игле, через которую поступает жидкость, а к электроду в области распыления, что приводит к образованию коронного разряда [4].

При бомбардировке быстрыми атомами изучаемое вещество растворяют в подходящей нелетучей матрице, обычно в глицерине. Раствор помещают в виде тонкой пленки на металлическую подложку специального штока.



Образец переносят в ионный источник и после вакуумирования облучают потоком атомов с энергиями около 8кэВ (например, атомами Ag или Xe). Для бомбардировки используют также высокоэнергетические ионы цезия. Выход ионов анализируемого образца тем больше, чем больше масса ускоренных атомов.

При полевой десорбции раствор образца помещают на вольфрамовую проволоку диаметром 5-10 мкм (эмиттер), которую перед нанесением образца активируют для образования на ее поверхности микроигл. Эмиттер помещают в сильное электрическое поле, при этом происходит локальное усиление напряженности поля на кончиках игл (обычно до 10<sup>8</sup> В/м). Ионы генерируются в результате различных процессов. Вследствие высокой локальной напряженности поля может происходить туннелирование электронов из образца к эмиттеру и десорбция образовавшихся катион-радикалов. [4]

После ионизации вещества происходит разделение ионов в масс-анализаторе в соответствие с их отношением массы к заряду ( $m/z$ ). Анализаторы делятся на несколько типов в сущности представляющие импульсные и непрерывные:

- квадрупольный масс-анализатор
- масс анализатор с двойной фокусировкой
- трехмерная квадрупольная ионная ловушка
- времяпролетный масс-анализатор
- циклотронно-резонансный масс-анализатор с фурье-преобразованием [4].

Последний элемент масс-спектрометра – детектор заряженных частиц. Величина токов, создаваемых ионами после прохождения масс-анализатора, составляет 10<sup>-7</sup> – 10<sup>-18</sup> А. Такие токи можно регистрировать с помощью специальных измерительных устройств [4]. Ниже приведены несколько типов детекторов:

- фотопластинка

- диодные вторично-электронные умножители
- фотоумножители
- микроканальные умножители.

#### **1.4 Гибридные методы**

Существуют гибридные методы хроматографических и спектрометрических.

Гибридные методы дают возможность получения дополнительной информации. Преимуществом хроматографии является эффективное разделение и количественное определение, но слишком затруднительная идентификация разделяемых соединений. Спектрометрические методы же наоборот отличается точной идентификацией, но она зависит от чистоты соединения в хроматографическом пике. А сочетание хроматографического разделения и спектроскопических методов демонстрирует свою мощь и эффективность.

Разберем самые популярные и часто используемые из комбинаций методов.

##### **1.4.1 Газовая хроматомасс-спектрометрия**

Сочетание газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием требует введение анализируемой пробы, находящейся при атмосферном давлении, в вакуум масс-анализатора.

Объединение капиллярного хроматографа и масс-спектрометра в режиме on-line можно осуществить двумя способами: напрямую или посредством открытого ввода с делителем потока. Поток газа, проходящий через капиллярную хроматографическую колонку диаметром 0,25 мм, соответствует допустимой нагрузке на вакуумную систему масс-спектрометра. Поскольку компоненты, элюирующиеся из колонки, уже находятся в парообразном состоянии, возможен непосредственный ввод элюата в ионный источник массспектрометра, работающий в режиме

электронного удара. Хотя такое прямое сочетание используется довольно часто, этот подход обладает рядом недостатков. Выход колонки находится в условиях высокого вакуума, и это изменяет времена удерживания относительно данных, полученных при использовании других ГХ-детекторов. Более того, скорость потока газа к ионному источнику изменяется в ходе температурной программы ГХ-анализа, что может влиять на параметры ионного источника. И наконец, попадание в масс-спектрометр всего количества вещества, введенного в колонку, приводит к резкому скачку давления в системе.

Наиболее распространенные масс-спектрометры для сочетания с газовой хроматографией — квадрупольные.

Масс-спектрометрическое детектирование для газовой хроматографии дает ряд уникальных преимуществ, например, возможность использования в качестве стандарта соединений, меченных изотопами, для повышения точности, определения элементного состава соединений, если используется высокоэффективный прибор, а также возможность раздельного анализа хроматографически неразрешаемых пиков на основании различий в их масс-спектре [4].

Обычно ГХ-МС работает в сканирующем режиме, который дает трехмерный массив данных, в котором интенсивность записана как функция времени (хроматографическая информация) и массы (спектроскопическая информация). Из этого массива данных могут быть извлечены данные различного вида с существенно разной информацией.

#### **1.4.2 Жидкостная хроматомасс-спектрометрия**

Сочетание жидкостной хроматомасс-спектрометрии ЖХ-МС осуществить по ряду причин гораздо труднее, чем ГХ-МС: слишком велика газовая нагрузка на вакуумную систему вследствие испарения подвижной фазы; состав подвижной фазы часто несовместим с МС-детектированием; затруднен перенос полярных или ионных веществ из жидкой в газовую фазу.

Первая проблема может быть решена используя различные системы ввода образца. Вторая проблема решается со стороны хроматографии. Для решения третьей проблемы пользуются новые методы ионизации, разработанные для сочетания ЖХ-МС.

Множество широко применяемых систем ввода для ЖХ-МС позволяет работать в широком диапазоне полярности исследуемых веществ и использовать потоки частиц для ионизации неполярных и средней полярности веществ, термораспылительную и химическую ионизацию при атмосферном давлении для определения полярных соединений, проточную бомбардировку быстрыми атомами (ББА) и электрораспылительную ионизацию для сильнополярных, ионных и высокомолекулярных веществ. За исключением проточного варианта ББА, все эти устройства работают при скоростях потока от 0,2 до 1 мл/мин со всеми растворителями, обычно используемыми в обращеннофазовой хроматографии, и летучими буферными растворами, такими, как ацетат аммония.

В обоих методах ионизации при атмосферном давлении (электрораспылительная и химическая ионизация при атмосферном давлении) распыление элюата происходит в области атмосферного давления. В отличие от ионизации потоком частиц, ионизация также происходит в этой области, и ионы оттуда направляются в область высокого вакуума для разделения. Электрораспыление осуществляется вследствие разрушения потока жидкости под действием сильного электрического поля. Между иглой, служащей для ввода жидкости, и противоэлектродом прикладывают разность потенциалов приблизительно 3 кВ. Ионы десорбируются с поверхности заряженных капель. В ХИ при атмосферном давлении аэрозоль формируется при помощи нагретого пневматического распылителя, и ионы образуются в результате ион-молекулярных реакций, инициируемых коронным разрядом в ионном источнике.

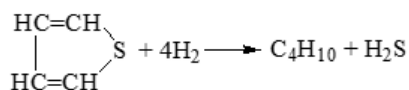
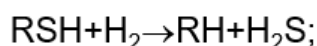
## 2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРОЦЕССА ГИДРООЧИСТКИ

Гидроочистка – процесс, предназначенный для очистки нефти и нефтепродуктов от гетероциклических соединений, особенно сернистых соединений, а также насыщения непредельных углеводородов путем проведения химической реакции с водородом.

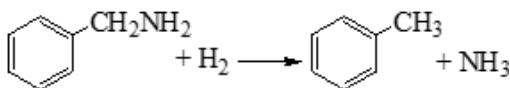
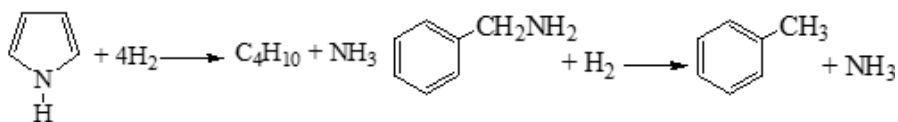
### 2.1 Химизм процесса гидроочистки

В ходе облагораживания сырья происходят следующие реакции:

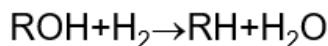
- гидрогенолиз сероорганических соединений



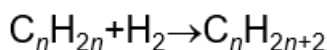
- гидрогенолиз азотоорганических соединений



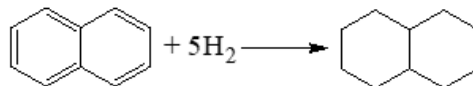
- удаление кислородсодержащих соединений



- гидрирование ненасыщенных углеводородов



- гидрирование ароматических соединений



### 2.2 Влияние технологических параметров на процесс

*Температура.* Так как процесс обессеривания нефтяных фракций – экзотермический, температура смеси постоянно возрастает. Поэтому для регулирования температуры между слоями катализатора вводится охлажденный водородсодержащий газ.

При температурах 300–340 °С гидрообессеривание протекает слабо. При

температурах же выше 400 °С возрастает закоксованность пор катализатора, а также переход процесса гидроочистки в гидрокрекинг.

Оптимальная температура проведения процесса лежит в интервале 300–340 °С. При таких температурах происходит эффективное обессеривание.

*Давление.* Степень обессеривания находится в прямо пропорциональной зависимости от парциального давления водорода, то есть увеличивается с возрастанием давления. При этом ускоряются реакции насыщения непредельных углеводородов и гидрирование ароматических соединений, а также замедляются реакции дегидрирования нафтендов. Расход водорода с ростом давления увеличивается. Зависимость степени обессеривания и расхода водорода от давления приведена на рисунке 4.

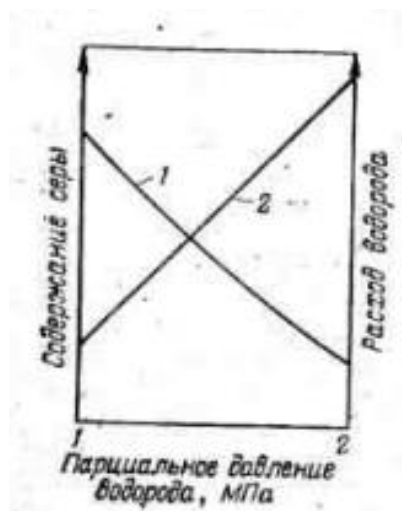


Рисунок 4 – Влияние парциального давления водорода на показатели гидроочистки. [6]

*Объемная скорость подачи сырья.* При увеличении объемной скорости подачи сырья снижается степень обессеривания из-за уменьшения времени контакта. Но уменьшается расход водорода и закоксовыванность катализатора.

### 2.3 Технологическая схема процесса гидроочистки

Рассмотрим технологическую схему установки гидроочистки ЛЧ-24-2000 (рисунок 5).

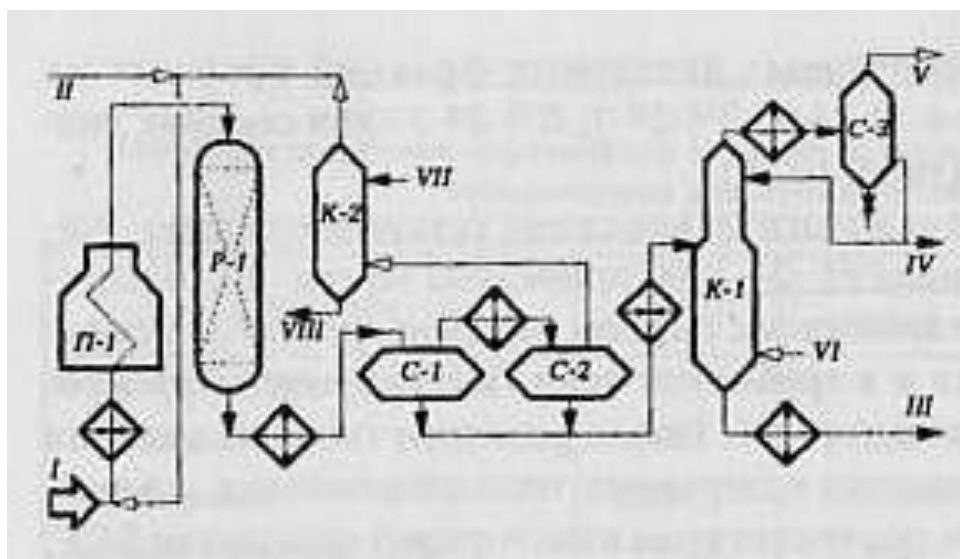


Рисунок 5 – Принципиальная технологическая схема установки гидроочистки дизеля ЛЧ-24-2000: I – сырье, II – свежий ВСГ, III – гидрогенизат, IV – бензин, V – углеводородный газ на очистку, VI – отдувочный ВСГ, VII – регенерированный МЭА, VIII – раствор МЭА на регенерацию [5].

Принципиальная схема гидроочистки представлена на рисунке 1. Циркуляционный ВСГ смешивается с сырьем, смесь нагревается в сырьевых теплообменниках и в трубчатой печи П-1 до температуры реакции и поступает в реактор Р-1 [5]. После реактора газопродуктовая смесь частично охлаждается в сырьевых теплообменниках и поступает в секцию сепарации ВСГ. ВСГ выводимый из блока сепарации после очистки МЭА в абсорбере К-2 подается на циркуляцию. Гидрогенизаты блока сепарации смешиваются и направляются на стабилизационную колонну К-1.

### 3 ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В данном разделе приведено описание характеристики сырья и установки гидроочистки. Также представлены методы исследования, используемые в данной работе.

#### 3.1 Характеристика объекта исследования

Объектом исследования является легкий атмосферный газойль и вакуумный газойль. Описание физико-химических свойств сырья приведена в таблице 1.

Таблица 1 – Характеристика атмосферного и вакуумного газойлей

№	Наименование показателя	Атмосферный газойль	Вакуумный газойль
		Значение	
1	Плотность при 20 °С, кг/м <sup>3</sup>	875	935
2	Фракционный состав, °С:		
	Н.к.	180	360
	10% об.	195	375
	50% об.	267	429
	90% об.	346	484
	К.к.	360	500
3	Содержание серы, % масс.	0,699	1,540

#### 3.2 Описание лабораторной каталитической установки

Экспериментальная установка гидроочистки изображена на рисунке 6. Установка включает три блока: распределения водорода и исходного сырья, реакционный блок, блок разделения продукта.



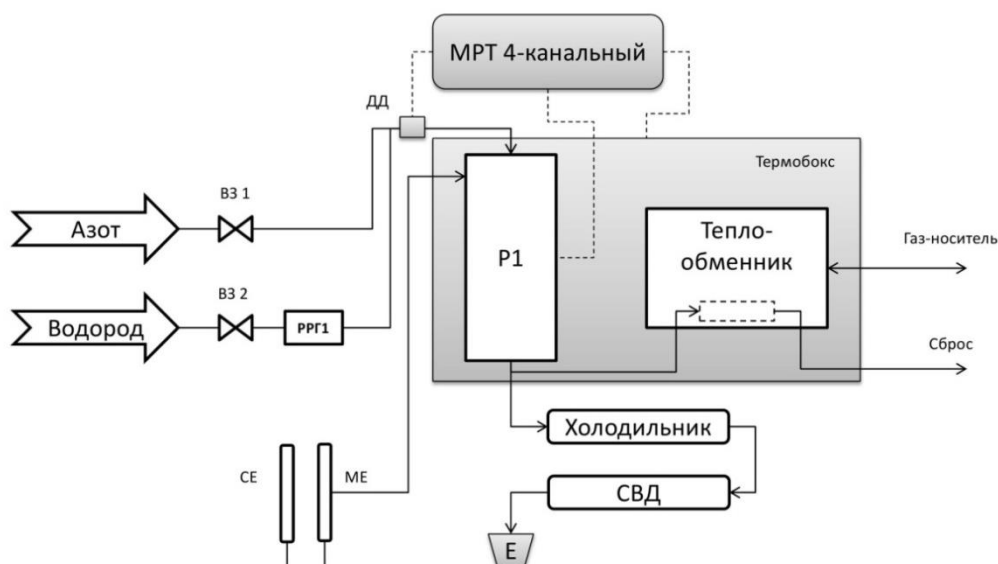


Рисунок 6 – Технологическая схема лабораторной каталитической установки: ВЗ – вентиль запорный; РРГ – регулятор расхода газа; Р1 – реактор высокого давления; СВД – сепаратор высокого давления; ДД–датчик давления; Е–емкость приемная; МРТ–микропроцессорный регулятор температуры; МЕ – мерная емкость; СЕ – сырьевая емкость [7].

- Блок распределения водорода и исходного сырья

Через запорный вентиль ВЗ.2 из баллона водород подается на регулятор расхода газа РРГ.1, после чего переходит в реактор. Сырьевая и мерная емкости предназначены для подачи сырья в реактор. Дозировка сырья происходит с помощью сырьевой емкости (2000 мл). Назначение мерной емкости (50 мл) состоит в калибровки, проверки работоспособности жидкостного насоса и для проведения непродолжительных опытов.

- Реакторный блок включает в себя реактор, электрическую цепь и систему обратных клапанов. Обогревание реактора происходит за счет однозонной электрической печи. Температура реактора контролируется термопарой, которая находится в слое катализатора.

- Блок разделения продуктов состоит из проточного холодильника и сепаратора высокого давления СВД. После разделения продуктов в СВД, конденсат через клапан сливается в приемник конденсата Е [7].

Для проведения экспериментов использовался реактор проточного типа из нержавеющей стали, позволяющий проводить процесс в условиях повышенных давлений. Конструкция реактора представлена на рисунке 7. Герметизация реактора осуществляется с помощью верхнего и нижнего фланцев. В верхнем фланце реактора находятся два штуцера для подвода исходных реагентов. Внутренний диаметр реактора 12 мм и максимальный объем загружаемого катализатора 10 см<sup>3</sup>. Катализатор заваливается через верхний фланец, выгрузка происходит через нижний фланец.

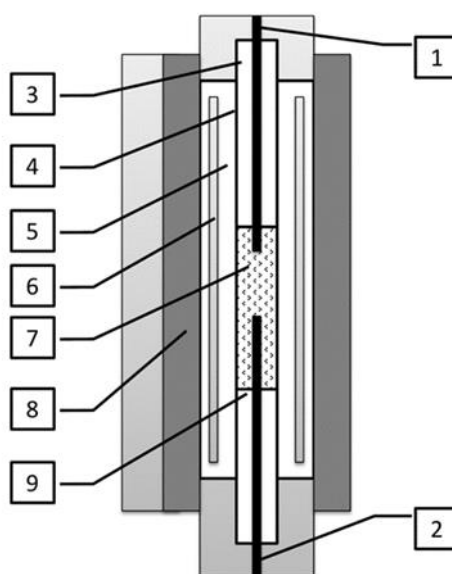


Рисунок 7 – Трубчатый реактор:

1, 2 – термопары; 3 – испаритель; 4 – корпус; 5 – медный бандаж; 6 – печь; 7 – слой катализатора; 8 – теплоизоляция; 9 – решётка [7].

### 3.3 Проведение процесса гидроочистки

Процесс гидроочистки атмосферного и вакуумного газойлей был проведен на лабораторной установке. Установка представляет собой проточную систему с испарителем, реактором, на специальную металлическую сетку которого помещается катализатор, конденсатором и приемником гидрогенизата. Гидроочистка проводилась на алюмо-кобальт-никель-молибденовом катализаторе, загружаемом объемом 7 см<sup>3</sup> в реактор. Характеристика катализатора приведена в таблице 2.

Таблица 2 – Характеристика катализатора гидроочистки

Наименование показателей	Катализатор
Насыпная масса, кг/м <sup>3</sup>	0,6-0,8
Диаметр гранул, мм	1,2-1,6
Коэффициент прочности, кг/мм	не менее 1,5
Содержание, % (масс.)	
CoO	12,0
MoO <sub>3</sub>	>13,0
NiO	2,2
Na <sub>2</sub> O	>0,4
Носитель	Активный оксид алюминия

Сырье подается в реактор сверху вниз дозировочным насосом высокого давления. Водород поступает через автоматический дозатор, который регулирует подачу водорода. Температура в реакторе задается и поддерживается терморегулятором, обеспечивающим точность нагрева с погрешностью  $\pm 0,5$  °С. Для измерения температуры в слое катализатора используется термопара, помещенная в карман, расположенный по центру реактора. Давление в системе устанавливается с помощью редуктора высокого давления и контролируется по показаниям образцового манометра.

Продукты реакции поступали в водяной холодильник-конденсатор. Жидкие продукты реакции собирались на анализ путем слива в приемник после разделения в сепараторе высокого давления. Газообразные продукты через вентиль-дроссель поступали в шестиходовой кран, с помощью которого осуществляется сброс газа в атмосферу.

Прежде чем начать гидроочистку сырья необходимо провести процесс сульфидирования катализатора непосредственно в самом реакторе. Для этого применяется легкая дизельная фракция с содержанием сульфидной серы 0,654%.

Сульфидирование проводится по следующей методике:

1. Сушка катализатора в потоке азота при температуре 120 °С
2. Подача водорода и повышение давления в реакторе до 3,5 МПа
3. Смачивание катализатора сырьем
4. Увеличение температуры в реакторе до 240 °С

5. Сульфидирование при 240 °С в течении 2 ч (низкотемпературная стадия)
6. Повышение температуры до 340 °С
7. Сульфидирование при 340 °С в течении 2 ч (высокотемпературная стадия). [3]

Сульфидирующую смесь подают с объемной скоростью 2 ч<sup>-1</sup> при соотношении Н<sub>2</sub>/Сырье 300/1 .

В таблице 3 приведены параметры работы установки гидроочистки.

Таблица 3 – Режим работы установки

Параметры работы	Значение
Температура, °С	360
Объемная скорость подачи сырья, ч <sup>-1</sup>	3
Соотношение Н <sub>2</sub> /Сырье	500/1
Давление, МПа.	3,5

### 3.4 Определение массового содержания общей серы

Анализ на определение содержания общей серы проводили с помощью рентгено-флуоресцентного энергодисперсионного анализатора согласно ASTM D4294 «Стандартный метод определения содержания серы в нефти и нефтепродуктах с помощью энергодисперсионной рентгеновской люминесцентной спектрометрии».

### 3.5 Разделение проб путем колоночной жидкостной хроматографии

Разделение сырья и продуктов процесса гидроочистки на фракции парафино–нафтеновые, ароматические и смолы проводится методом жидкостно-адсорбционной хроматографии.

Для этого готовится колонка на 50 мл, в кончик колонки помещается плотно кварцевая вата, около 2- 3 см, затем засыпается Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ≈ 1 см. Под Силикагель засыпается в колонку объемом 45-48 см<sup>3</sup>. (до метки на бюретке 6 мл) и смачивается гексаном. Когда вся проба впитается, проводят вымывание

парафино – нафтеновых углеводородов гексаном в объеме, равном примерно объему, который впитывает полностью силикагель в колонке, плюс еще 15 мл. Проводим качественную реакцию на ароматические углеводороды, для этого в фарфоровую чашечку капают 6-8 капель концентрированной серной кислоты, затем прибавляют 3-4 капли формалина и 2-3 капли парафин-нафтеновой фракции [2]. Смесь остается бесцветной, если в ней нет ароматических соединений. Появление яркого красно-бурого окрашивания свидетельствует о наличии ароматических углеводородов в испытуемом продукте.

После того, как увидели светло-розовый окрас смеси, заменяется колба и проводится десорбция фракции ароматических углеводородов, смываем растворителем гексан–толуол в соотношении 3:1.

Далее проводится десорбция фракции смол смесью спирта с толуолом в соотношении 1:1.

После завершения процесса разделения образца на фракции проводится отгонка растворителя на ротаторном испарителе. Отгоняется растворитель до остатка в 3-5 мл, который переливается в заранее взвешенный пенициллиновый флакон. Далее они помещаются в сушильный шкаф для стабилизации при температуре 40 градусов на 2 часа. После того, как флаконы остынут, их взвешивают, и так доводят до постоянной массы, пока разница между двумя последующими взвешиваниями не будет 0,0004 г.

### **3.6 Проведение хроматомасс -спектроскопии**

Анализ проводился на хроматомасс-спектрометре Agilent 7890 (GS) – 7200 QTOF (MS). Аппарат представлен на рисунке 8.



Рисунок 8 – Хроматомасс спектрометр Agilent 7890 (GS) – 7200 QTOF (MS)

Разделение ароматических соединений проводилось в двумерном режиме, а парафинов и нафтендов в одномерном.

Закалывание пробы в хроматомасс-спектрометр производится с помощью автосамплера. Далее анализируемая проба попадает в хроматографические колонки. В качестве первой колонки взята кварцевая капиллярная колонка DB-5ms (длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм) и DB-17 HT (длина 5 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,15 мкм) в качестве второй колонки [5]. Гелий использовался в качестве газа-носителя. Температура инжектора составляла 320 °С, температура источника ионов составляла 230 °С, температура квадруполя составляла 150 °С, а температура линии передачи составляла 280 °С. Поток для первой колонки составлял 0,9 мл / мин, а для второй колонки - 18 мл / мин со временем выдержки до 72 мин, после этого времени был запрограммирован поток для второй колонки: со скоростью потока 0,5 мл/мин. до скорости потока 22 мл / мин. Температурная программа была одинаковой для обеих колонок. Духовка была запрограммирована от 50 °С со скоростью 5 °С / мин. до 150 °С, а затем со скоростью 3 °С / мин. до 310 °С,

где она поддерживалась изотермической в течение 20 минут [5].

Далее проба направляется в ионизатор для ионизации пробы электронным ударом. Образующиеся положительные ионы выводятся из зоны ионизации, ускоряются электрическим полем и одновременно фокусируются в пучок [6]. Ускоренные ионы попадают в масс-анализатор, представляющий собой трехмерную квадрупольную ионную ловушку, где ионы разделяются по массе.

Разделенные пучки ионов попадают в детектор, где ионный ток преобразуется в электрический сигнал, который усиливается и регистрируется.

Масс-спектрометрический детектор представляет собой трубку времени пролета (QTOF), которая позволяет регистрировать ионные массы до 0,0001 а.е.м., что значительно увеличивает разрешающую способность устройства по сравнению со стандартными системами ГХ-МС, где массовая регистрация, как правило, происходит с точностью до 0,1 а.е.м. Кроме того, время полета масс-спектрометрического детектора позволяет работать в режиме MS-MS, благодаря встроенной гексапольной ячейки столкновения. В режиме MS-MS можно определить наиболее сложную молекулярную структуру.

## **5 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ**

В настоящее время, одной из немаловажных задач химической технологии топлива является определение группового состава сырья и продуктов различных химических процессов. К таким методам анализа сырья относится хроматомасс-спектрометрия.

Целью раздела “Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение” является обоснование целесообразности проведения физико-химического анализа, который будет отвечать требованиям ресурсоэффективности.

### **5.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсоснабжения**

#### **5.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования**

Каждое предприятие стремится к высоким показателям качества продукции. Возникает необходимость в проведении физико-химического анализа, для определения качественного и количественного состава. В связи с этим, целевым рынком для результатов исследования будут Российские НПЗ.

Целевой рынок – сегменты рынка, на котором будет продаваться в будущем разработка. В свою очередь, сегмент рынка – это особым образом выделенная часть рынка, группы потребителей, обладающих определенными общими признаками.

Сегментируем рынок услуг по разработке оптимального процесса по следующим критериям: размер НПЗ и метод анализа. Карта сегментирования представлена в таблице 5.



Таблица 5 – Карта сегментирования рынка услуг по методам анализа

		Метод анализа		
		Хроматомасс-спектрометрия	Хроматографические методы	Определение физико-химических свойств
Размер компании	Крупные			
	Средние			
	Мелкие			

ОАО «ТомскНИПИнефть»	Институт химии нефти СО РАН	НИ «ТГУ»

В результате сегментирования выявили, что основными сегментами рынка являются НПЗ среднего и мелкого размера при использовании метода хроматомасс-спектрометрии.

### 5.1.2 Анализ конкурентных технических решений

Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения позволяет провести оценку сравнительной эффективности научной разработки и определить направления для ее будущего повышения. Целесообразно проводить данный анализ с помощью оценочной карты, которая приведена в таблице 6.

Таблица 6 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б <sub>ф</sub>	Б <sub>к1</sub>	Б <sub>к2</sub>	К <sub>ф</sub>	К <sub>к1</sub>	К <sub>к2</sub>
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							

## Продолжение таблицы 6

Повышение производительности	0,05	3	3	3	0,15	0,15	0,15
Удобство в эксплуатации	0,05	5	4	4	0,25	0,20	0,20
Энергоэкономичность	0,05	3	4	4	0,15	0,20	0,20
Надежность	0,15	5	4	4	0,75	0,60	0,60
Простота в эксплуатации	0,05	3	4	4	0,15	0,20	0,20
Качество выполнения анализа	0,2	4	3	3	0,8	0,6	0,6
<b>Экономические критерии оценки эффективности</b>							
Конкурентоспособность продукта	0,15	4	4	4	0,60	0,60	0,60
Уровень проникновения на рынок	0,10	2	4	5	0,20	0,40	0,50
Цена	0,10	2	4	3	0,20	0,40	0,30
Срок выхода на рынок	0,05	3	4	4	0,15	0,20	0,20
Наличие сертификации разработки	0,05	5	5	5	0,25	0,25	0,25
<b>Итого</b>	<b>1,00</b>	<b>39</b>	<b>43</b>	<b>43</b>	<b>3,65</b>	<b>3,80</b>	<b>3,80</b>

Согласно оценочной карте для сравнения конкурентных технических решений, продукт является достаточно конкурентоспособным. К конкурентным преимуществам можно отнести надежность, качество выполнения анализа и удобство в эксплуатации. К основным недостаткам можно отнести уровень проникновения на рынок и срок выхода продукта на рынок, а также цену.

### 5.1.3 SWOT – анализ

SWOT представляет собой комплексный анализ инженерного проекта. SWOT – анализ применяют для того, чтобы перед организацией или менеджером проекта появилась отчетливая картина, состоящая из лучшей возможной информации и данных, а также сложилось понимание внешних сил, тенденций и подводных камней, в условиях которых исследовательский проект будет реализовываться. Анализ проводился в несколько этапов.

Первый этап заключается в описании сильных и слабых сторон проекта, в выявлении возможностей и угроз для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде. Результаты первого этапа представлены в таблице 7.

Таблица 7 – Матрица SWOT

	Сильные стороны исследовательского проекта: С1. Надежность метода С2. Актуальность исследования для нефтеперерабатывающей промышленности С3. Высокое качество анализа	Слабые стороны исследовательского проекта: Сл1. Отсутствие прототипа научной разработки Сл2. Сложность эксплуатации оборудования Сл.3. Отсутствие бюджетного финансирования.
Возможности: В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ В2. Появление потенциального спроса на новые разработки В3. Уменьшение значимости или достоинства конкурентных разработок	Высокое качество, адекватность и надежность метода может вызвать спрос на него. Кроме того, актуальность исследования в купе с другими сильными сторонами дают большую конкурентоспособность.	При снижении конкурентоспособности подобных разработок и при появлении спроса на другие может появиться возможность использования данной НИР в компаниях уже использующих подобные методы переработки, для совершенствования технологий.
Угрозы: У1. Отсутствие спроса на новые технологии У2. Значительная конкуренция У3. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства	1. Продвижение программы с целью создания спроса 2. Создание конкурентных преимуществ готового продукта 3. Сертификация и стандартизация продукта	1. Отсутствие спроса на новые технологии производства 2. Развитая конкуренция технологий производства 3. Отсутствие необходимого оборудования для проведения эксперимента

Реализация второго этапа состоит в выявлении соответствия сильных и слабых сторон исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды. Это соответствия или несоответствия должны помочь выявить степень необходимости проведения стратегических изменений. Результаты второго этапа представлены в таблице 8.

Таблица 8 – Интерактивная матрица проекта

Сильные стороны проекта				
Возможности проекта		C1	C2	C3
	B1	-	+	+
	B2	+	-	+
	B3	+	+	+
Сильные стороны проекта				

Продолжение таблицы 8

Угрозы проекта		C1	C2	C3
	У1	-	0	-
	У2	+	+	+
	У3	-	-	-
Слабые стороны проекта				
Возможности проекта		Сл1	Сл2	Сл3
	B1	-	+	+
	B2	-	+	0
	B3	+	0	–
Слабые стороны проекта				
Угрозы проекта		Сл1	Сл2	Сл3
	У1	+	+	0
	У2	0	0	–
	У3	-	0	+

В рамках второго этапа построили интерактивную матрицу проекта. Ее использование помогает разобраться с различными комбинациями взаимосвязей областей матрицы SWOT.

В случае, когда две возможности сильно коррелируют с одними и теми же сильными сторонами, с большой вероятностью можно говорить об их единой природе. В этом случае, возможности описываются следующим образом: B2B3C1C3.

В рамках третьего этапа была составлена итоговая матрица SWOT – анализа, которая приведена в таблице. Результаты третьего этапа представлены в таблице 9.

Таблица 9 – SWOT – анализ

	Сильные стороны исследовательского проекта: C1. Простота применения C2. Актуальность исследования для нефтеперерабатывающей промышленности C3. Более низкие эксплуатационные расходы и капитальные вложения по сравнению с другими технологиями	Слабые стороны исследовательского проекта: Сл1. Отсутствие прототипа научной разработки Сл2. Сложность эксплуатации оборудования Сл.3. Отсутствие бюджетного финансирования.
--	--	---

## Продолжение таблицы 9

<b>Возможности:</b> В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ В2. Появление потенциального спроса на новые разработки В3. Уменьшение значимости или достоинства конкурентных разработок	Качество, адекватность и надежность метода анализа увеличит спрос и конкурентоспособность НИР (В2В3С1С3).	Помощь в финансировании проекта и его сертификации могут оказать инновационные инфраструктуры (В1Сл3). Необходимо снизить конкурентоспособность подобных разработок и расширить использование данной НИР во многих компаниях (В2В3Сл2).
<b>Угрозы:</b> У1. Отсутствие спроса на новые технологии У2. Значительная конкуренция У3. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства	Актуальность исследования, качество, надежность и адекватность метода анализа позволяют повысить спрос и конкуренцию разработки, что уменьшает влияние финансирования (С1С2У1У2).	Отсутствие прототипа, сертификации научной разработки, невозможность использования в компаниях с традиционными методами обработки нефти приведет к отсутствию спроса и отсутствию конкуренции проекта (У1У2Сл1Сл2).

Результаты SWOT – анализа учитываются при разработке структуры работ, выполняемых в рамках исследовательского проекта.

## 5.2 Планирование исследовательских работ

### 5.2.1 Структура работ в рамках исследовательского проекта

В данном разделе необходимо составить перечень этапов и работ в рамках проведения исследования, провести распределение исполнителей по видам работ. Примерный порядок составления этапов и работ, распределение исполнителей по данным видам работ приведен в таблице 10.

Таблица 10 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель

Продолжение таблицы 10

Выбор направления исследований	2	Выбор направления исследований	Инженер
Выбор направления исследований	3	Обзор современных методов исследований по выбранному направлению	Инженер
	4	Календарное планирование работ по теме	Руководитель
Теоретическое обоснование и проведение эксперимента	5	Теоретическое обоснование и выбор метода анализа	Руководитель
	6	Проведение эксперимента и хроматомасс-спектрометрического анализа	Инженер
	7	Составление результатов проведенного анализа	Инженер
Обобщение полученных результатов, выводы по проделанной работе	8	Оценка эффективности проведенных исследований	Руководитель
	9	Определение целесообразности проведения ВКР	Инженер
Проведение ВКР			
Разработка технической документации и проектирование	10	Разработка хроматомасс-спектрометрического анализа и его компьютерная реализация	Инженер
	11	Оценка эффективности	Инженер
	12	Сбор информации по охране труда	Инженер
	13	Подбор данных для выполнения экономической части работы	Инженер
Оформление отчета по ВКР	14	Составление пояснительной записки	Инженер
	15	Сдача работы на рецензию	Инженер
	16	Предзащита	Инженер, руководитель
	17	Подготовка к защите дипломной работы	Инженер
	18	Защита дипломной работы	Инженер, руководитель

### 5.2.2 Разработка графика проведения исследовательского проекта

Календарный график проведения работ представлен в таблице Б.1 в приложении Б.

Расчет действительных рабочих дней представлен в таблице 11.

Таблица 11 – Планирование работ

	Количество календарных дней	Количество рабочих дней
Руководитель	36	26
Инженер	110	86

Согласно полученным данным количество рабочих дней для студента составляет 86 дня, для руководителя – 26 дней.

### 5.2.3 Бюджет исследовательского проекта

При планировании бюджета исследовательского проекта должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов планируемых расходов, необходимых для его выполнения. В процессе формирования бюджета, планируемые затраты группируются по статьям:

- материальные затраты;
- затраты на специальное оборудование;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- дополнительная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);

#### 5.2.3.1 Расчет материальных затрат

Материальные затраты, необходимые для данной разработки, отражены в таблице 12.

Таблица 12 – Материальные затраты

Наименование	Единица измерения	Количество	Цена за ед., руб.	Затраты на материалы, (З <sub>м</sub> ), руб.
Тетрадь	шт.	1	18	18

Продолжение таблицы 12

Ручка	шт.	3	30	90
Карандаш	шт.	2	15	30
Бумага А4	шт.	80	2	160
Чернила для принтера	мл.	100	1,5	150
Итого				448

### 5.2.3.2 Расчет затрат на специальное оборудование

Для выполнения проекта требуется персональный компьютер, ПО MicrosoftOffice 365, лицензионное программное обеспечение Agilent MassHunter Qualitative Analysis. Все расчеты по приобретению спецоборудования отображены в таблице 13.

Таблица 13 – Расчет бюджета затрат на приобретение спецоборудования для исследовательского проекта

№ п/п	Наименование оборудования	Количество единиц оборудования	Цена единицы оборудования, тыс. руб.	Общая стоимость, тыс. руб.
1	ПО Microsoft office	1	2	2
2	Agilent MassHunter Qualitative Analysis	1	2	2
3	Компьютер	1	45	45
4	Хроматомасс-спектрометр Agilent	1	10000	10000
5	Хранилище данных	2	3	6
6	Принтер	1	5	5
Итого				10060

В таблице 14 приведен расчет амортизационных отчислений.

При расчете амортизации принимаем средневзвешенную норму амортизации равной 25% и для хроматомасс-спектрометра Agilent 5%.

Таблица 14 – Расчет амортизационных отчислений

п/п	Наименование оборудования	Кол-во	Цена единицы оборудования, тыс. руб	Срок использования оборудования, дней	Амортизация оборудования, тыс.руб
-----	---------------------------	--------	-------------------------------------	---------------------------------------	-----------------------------------



Продолжение таблицы 14

	Компьютер	1	45	303	9,34
	Принтер	1	5	303	1,04
	Хроматомасс- спектрометр Agilent	1	10000	303	415
	Хранилище данных	2	3	303	1,25
ИТОГО:					426,63

### 5.2.3.3 Основная заработная плата исполнителей темы

Баланс рабочего времени приведен в таблице 15.

Таблица 15 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Научный руководитель проекта	Инженер
Календарное число дней	303	303
Количество нерабочих дней		
- выходные	87	87
- праздничные	14	14
Потери рабочего времени		
- отпуск	0	14
- больничный	14	7
Действительный годовой фонд рабочего времени	188	181

Расчет основной заработной платы приведен в таблице 16.

Таблица 16 – Расчет основной заработной платы

	Руководитель	Инженер
Заработная плата по тарифной ставке, руб	35120	12130
Районный коэффициент	1,3	1,3
Месячный должностной оклад, руб	45656	15769
Среднедневная заработная плата, руб	2428,5	871,2
Количество рабочих дней, шт	26	86
Годовая заработная плата, руб.	63141	74923,2
Итого	138064,2	

Таким образом, суммарная заработная плата составляет 138064,2 рублей.

#### 5.2.3.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Расчет дополнительной заработной платы представлен в таблице 17.

Таблица 17 – Расчет основной заработной платы

	Руководитель	Инженер
Основная заработная плата, руб.	63141	74923,2
Коэффициент дополнительной заработной платы	0,15	0,15
Дополнительная заработная плата, руб.	9471,2	11238,5
Итоговая заработная плата, руб.	72612,2	86161,7
Итого	158773,9	

Таким образом, суммарная заработная плата составляет 158773,9 рублей.

#### 5.2.3.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Размер отчислений во внебюджетные фонды в Томском политехническом университете составляет 30,2%. Результаты расчета представлены в таблице 18.

Таблица 18 – Расчет основной заработной платы

	Руководитель	Инженер
Заработная плата, руб.	72612,2	86161,7
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	0,302	0,302
Размер отчислений, руб.	21928,9	26020,8
Итоговый размер отчислений, руб.	47949,7	

Таким образом, суммарный размер отчислений составляет 47949,7 рублей.

### 5.2.3.6 Формирование бюджета затрат исследовательского проекта

Определение бюджета затрат на исследовательский проект приведен в таблице 19.

Таблица 19 – Расчет бюджета затрат проекта

	Сумма, руб.
Материальные затраты НТИ	448
Амортизационные отчисления	426630
Затраты по заработной плате руководителя	72612,2
Затраты по заработной плате инженера	86161,7
Отчисления во внебюджетные фонды	47949,7
ИТОГО	633801,6

Таким образом, суммарный размер затрат составляет 633801,6 рублей.

#### **Вывод:**

В данном разделе была произведена оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследования с позиции ресурсоэффективности и ресурсоснабжения, произведен анализ конкурентных технических решений, SWOT – анализ, разработан график проведения исследовательского проекта, сформирован бюджет затрат исследовательского проекта.

В результате выполненной работы, можно сделать вывод о конкурентоспособности продукта.

## **6 СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ**

Объектом исследования данной работы является хроматомасс-спектрометр Agilent

Метод хроматомасс-спектрометрии используется для анализа на качественный и количественный состав веществ. Хроматомасс-спектрометрия является высокоточным и адекватным методом анализа.

Данная дипломная работа выполнялась в аудитории 221, расположенной на втором этаже учебного корпуса номер 20 Томского политехнического университета. Аудитория 221 оборудована 1 ЭВМ, хроматомасс-спектрометром, газовой системой. Экспериментальная часть бакалаврской работы осуществлялась на персональном компьютере (далее ПК). Рабочая зона представляет собой аудиторию, оборудованную системами отопления и кондиционирования воздуха. Освещение рабочего места комбинированное – сочетание естественного света из окон и искусственного.

### **6.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности**

Основным нормативным документом, отражающим права и обязанности сотрудника и работодателя, является Федеральный закон "Об основах охраны труда в Российской Федерации" от 17.07.1999 N 181-ФЗ. Настоящий Федеральный закон устанавливает правовые основы регулирования отношений в области охраны труда и направлен на создание условий труда, соответствующих требованиям сохранения жизни и здоровья работников в процессе трудовой деятельности.

К основным нормативным документам также можно отнести Федеральный закон "О специальной оценке условий труда" от 28.12.2013 N 426-ФЗ. Настоящий Федеральный закон устанавливает правовые и организационные основы и порядок проведения специальной оценки условий труда, определяет правовое положение, права, обязанности и ответственность участников специальной оценки условий труда.

Для реализации приведенных выше законов приняты Постановления Правительства РФ “О государственном надзоре и контроле за соблюдением законодательства РФ о труде и охране труда”, “О службе охраны труда”, “О Федеральной инспекции труда” и др. [].

Также одним из основных документов, устанавливающих государственные гарантии трудовых прав и свобод граждан является "Трудовой кодекс Российской Федерации" от 30.12.2001 N 197-ФЗ.

Также существует Типовая инструкция «По охране труда при работе на ПК» ТОИ Р-45-084-01. Настоящая инструкция рассматривает общие требования безопасности при работе на ПК.

Основными задачами трудового законодательства являются создание необходимых правовых условий для достижения оптимального согласования интересов сторон трудовых отношений, интересов государства, а также правовое регулирование трудовых отношений и иных непосредственно связанных с ними отношений по:

- организации труда и управлению трудом;
- трудоустройству у данного работодателя;
- подготовке и дополнительному профессиональному образованию работников непосредственно у данного работодателя;
- социальному партнерству, ведению коллективных переговоров, заключению коллективных договоров и соглашений;
- участию работников и профессиональных союзов в установлении условий труда и применении трудового законодательства в предусмотренных законом случаях;
- материальной ответственности работодателей и работников в сфере труда;
- государственному контролю (надзору), профсоюзному контролю за соблюдением трудового законодательства (включая законодательство об охране труда) и иных нормативных правовых актов, содержащих нормы трудового права;

- разрешению трудовых споров;
- обязательному социальному страхованию в случаях, предусмотренных федеральными законами.

Рассмотрим более подробно организацию рабочего места сотрудника. Правильная организация рабочего места оказывает непосредственное влияние на производительность труда. Повышению трудовой деятельности способствует просторное хорошо проветриваемое помещение, в котором соблюден баланс освещения. Согласно гигиеническим нормам СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 [] помещение в целом и рабочее место должны быть освещены достаточно и равномерно. При оборудовании рабочей зоны необходимо также учесть, что яркий солнечный свет порождает блики на мониторе, следовательно, существует потребность в установке жалюзи.

Так как трудовая деятельность в данном случае непосредственно связана с работой на ЭВМ, необходимо соблюдать меры безопасности, направленные на сохранение полноценного зрения сотрудника:

- экран видеомонитора должен находиться от глаз пользователя на оптимальном расстоянии 600 – 700 мм, но не ближе 500 мм с учетом размеров алфавитно-цифровых знаков и символов;
- уровень глаз при вертикально расположенном экране должен приходиться на центр или 2/3 высоты экрана. Линия взора должна быть перпендикулярна центру экрана и оптимальное её отклонение от перпендикуляра, проходящего через центр экрана в вертикальной плоскости, не должно превышать 5 градусов, допустимое 10 градусов.

Для того, чтобы минимизировать последствия «сидячей» работы, необходимо оборудовать рабочее место подставкой для ног, имеющей ширину не менее 300 мм, глубину не менее 400 мм, регулировку по высоте в пределах до 150 мм и по углу наклона опорной поверхности подставки до 20 градусов.

## **6.2 Производственная безопасность**

Производственная безопасность представляет собой систему

организационных мероприятий и технических средств, уменьшающих вероятность воздействия на персонал опасных производственных факторов, вредных воздействий технологических процессов, энергии, средств, предметов, условий и режимов труда до приемлемого уровня.

Необходимо идентифицировать вредные и опасные производственные факторы, которые могут возникать при разработке и эксплуатации математической модели сернокислотного алкилирования изобутана бутиленом.

Выявления факторов производилось с использованием ГОСТ 12.0.003-2015 «Опасные и вредные производственные факторы. Классификация» []. Перечень потенциальных факторов, характерных для проектируемой производственной среды, приведен в таблице 20.

Таблица 20 – Опасные и вредные факторы при проведении экспериментальной части ВКР

Наименование фактора	Этапы работ			Нормативные документы
	Разработка	Изготовление	Эксплуатация	
Отклонение показателей микроклимата	+	+	+	СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы
Пожарная безопасность	+	+	+	СНиП 21-01-97* Пожарная безопасность зданий и сооружений

Продолжение таблицы 20

Нервно-психические перегрузки	-	+	+	СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы
Статические физические перегрузки	+	+	+	СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы
Электрический ток	-	+	+	ГОСТ 12.1.038-82 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов.
Недостаточная освещенность рабочей зоны	+	+	+	СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы
Повышенный уровень шума	+	+	+	СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы
Перегрузка зрительного аппарата	+	+	+	СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы



## 1. Отклонение показателей микроклимата

Метеорологические факторы могут оказывать влияние на психологическое и физическое состояние человека. Поэтому необходимо соблюдать оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений. К метеорологическим факторам относят температуру, влажность и скорость движения воздуха.

В производственных помещениях, в которых работа с использованием персональных электронных вычислительных машин является основной, должны обеспечиваться оптимальные параметры микроклимата для категории работ Ia и Ib в соответствии с действующими санитарно-эпидемиологическими нормативами микроклимата производственных помещений.

Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочем месте для помещений данных категорий приведены в таблице 21.

Таблица 21 – Оптимальные характеристики микроклимата

Период года	Категория работ по уровню энергозатрат, Вт	Температура воздуха, °С	Температура поверхностей, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	Ia (до 139)	22-24	21-25	60-40	0,1
	Ib (140-174)	21-23	20-24	60-40	0,1
Теплый	Ia (до 139)	23-25	22-26	60-40	0,1
	Ib (140-174)	22-24	21-25	60-40	0,1

С целью защиты сотрудника от воздействия данного вредного фактора предусмотрены системы вентиляции и обогрева помещения. Также установлены нормы проветривания рабочего места.

## 2. Нервно-психические перегрузки

К нервно-психическим перегрузкам во время работы с ПК могут привести умственное перенапряжение, шум, физическая усталость и другие факторы.

Для контроля такого характера перегрузок рекомендуются пешие прогулки до и после работы за ПК – 40–50 минут, а также перерывы в работе.

При трудовой деятельности за ПК перерывы необходимы после каждого часа работы. Сумма времени отдыха зависит от установленного рабочего дня. Если установленный рабочий день составляет 8 часов, сумма времени перерыва – 50–80 минут, если рабочее время составляет 12 часов, то перерыв – 80–140 минут.

### 3. Статические физические перегрузки

Работа с ПК тесно связана с физическими перегрузками статического характера, так как такая деятельность подразумевает сидячее положение человека.

Согласно СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 касательно оптимального устройства рабочего места и минимальной физической нагрузки должны соблюдаться следующие требования:

- Конструкция рабочего стула (кресла) должна обеспечивать поддержание рациональной рабочей позы при работе на ПЭВМ, позволять изменять позу с целью снижения статического напряжения мышц шейно-плечевой области и спины для предупреждения развития утомления.
- Тип рабочего стула (кресла) следует выбирать с учетом роста пользователя, характера и продолжительности работы с ПЭВМ.
- Рабочий стул (кресло) должен быть подъемно-поворотным, регулируемым по высоте и углам наклона сиденья и спинки, а также расстоянию спинки от переднего края сиденья, при этом регулировка каждого параметра должна быть независимой, легко осуществляемой и иметь надежную фиксацию.
- Поверхность сиденья, спинки и других элементов стула (кресла) должна быть полумягкой, с нескользящим, слабо электризующимся и воздухопроницаемым покрытием, обеспечивающим легкую очистку от загрязнений.

### 4. Электрический ток

Источниками электрической опасности являются:

- оголенные части проводов или отсутствие изоляции;

- отсутствие заземления;
- замыкания электроцепи;
- статическое напряжение.

Электробезопасность работающего персонала и посторонних лиц должна обеспечиваться выполнением следующих мероприятий []:

- Соблюдение соответствующих расстояний до токоведущих частей;
- Изоляция токопроводимых частей;
- Применение блокировки аппаратов и ограждающих устройств для предотвращения ошибочных операций и доступа к токоведущим частям;
- Использование предупреждающей сигнализации, надписей и плакатов;
- Применение устройств для снижения напряженности электрических и магнитных полей до допустимых значений;
- Использование средств защиты и приспособлений.

#### 5. Недостаточная освещенность рабочей зоны

Неправильное комбинирование естественного света и искусственного света оказывает негативное влияние на зрительную систему человека.

Согласно СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 существуют следующие требования к освещению рабочей зоны:

- Освещенность поверхности стола должна составлять 300–500 лк.
- Освещенность поверхности экрана должна составлять 300 лк.
- Отсутствие резких теней и блескости
- Яркость светящихся поверхностей должны быть не более 200 кд/м<sup>2</sup>.
- Постоянное освещение рабочей зоны
- Правильное направление светового потока

Соблюдение данных требований способствует установлению светового баланса в рабочем помещении и минимизирует его воздействие на зрительный

аппарат.

#### 6. Повышенный уровень шума

Источником повышенного уровня шума является работа персонального компьютера, а также связанного с ним устройств.

Шум – раздражающий фактор, который влияет нервно-психическое напряжение и работоспособность человека негативным образом.

При выполнении работ с использованием ПК уровень шума в рабочей зоне не должен превышать предельно допустимых значений, установленных СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Допустимые значения уровня шума приведены в таблице 22.

Таблица 22 – Допустимые значения уровней звукового давления в октавных полосах частот и уровня звука, создаваемого ПЭВМ

Уровни звукового давления в октавных полосах со среднегеометрическими частотами									Уровни звука в дБА
31,5 Гц	63 Гц	125 Гц	250 Гц	500 Гц	1000 Гц	2000 Гц	4000 Гц	8000 Гц	
86 дБ	71 дБ	61 дБ	54 дБ	49 дБ	45 дБ	42 дБ	40 дБ	38 дБ	50

#### 7. Перегрузка зрительного аппарата

Работа за ПК напрямую связана с перенапряжением зрительной системы человека, вызванным световыми нагрузками и длительным сосредоточенным наблюдением.

Для профилактики и контроля перегрузки следует делать перерывы в работе и выполнять специальную разминку для глаз

#### 8. Пожарная безопасность

Персональный компьютер – это полностью электрическая система оборудования, при работе с которой существует риск возгорания этого оборудования. Поэтому в зданиях должны быть предусмотрены и обеспечены следующие требования:

- возможность эвакуации людей независимо от их возраста и физического состояния наружу на прилегающую к зданию территорию (далее - наружу) до наступления угрозы их жизни и здоровью вследствие воздействия опасных факторов пожара;
- возможность спасения людей;
- возможность доступа личного состава пожарных подразделений и подачи средств пожаротушения к очагу пожара, а также проведения мероприятий по спасению людей и материальных ценностей;
- нераспространение пожара на рядом расположенные здания, в том числе при обрушении горящего здания;
- ограничение прямого и косвенного материального ущерба, включая содержимое здания и само здание, при экономически обоснованном соотношении величины ущерба и расходов на противопожарные мероприятия, пожарную охрану и ее техническое оснащение.

### **6.3 Экологическая безопасность**

В данном разделе рассматривается характер воздействия проектируемого решения на окружающую среду.

Для проведения работы использовались персональный компьютер, принтер, бумага, и другие материальные ресурсы. Рассмотрим влияние использованного оборудования на различные сферы природы.

- Бумажные отходы влияют на литосферу. Для предотвращения этого эффекта необходимо устроить сбор макулатуры с целью вторично переработки.
- В аудиториях для освещения используются люминесцентные лампы, утилизировать которые нужно как ртутьсодержащие лампы.
- Пластик, оказываемый на литосферу значительное влияние, является материалом многих элементов ПК. Необходима правильная сортировка отходов и вторичная переработка.

Влияние проводимых работ на атмосферу и гидросферу незначительная.

#### **6.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях**

В связи с тем, что в аудитории находятся газовые системы, существуют две чрезвычайные ситуации, которые могут возникнуть при работе – пожар и утечка газа.

Риск возникновения пожара связан с высокой плотностью размещения электронных схем ЭВМ. Соединительные провода и кабели располагаются в непосредственной близости друг от друга и при протекании электрического по ним может произойти оплавление изоляции и, собственно, возгорание.

В связи с этим, участки, на которых используется компьютерная техника, по пожарной опасности относятся к категории пожароопасных “В”.

При пожаре должна быть произведена эвакуация людей из помещений за минимальное количество времени

Для тушения пожаров необходимо применять углекислотные и порошковые огнетушители, которые обладают высокой скоростью тушения, большим временем действия, возможностью тушения электроустановок, высокой эффективностью борьбы с огнем [16]. Воду разрешено применять только во вспомогательных помещениях.

Также должны быть разработана инструкция по пожарной безопасности и проведен инструктаж.

Для оповещения дежурного персонала о пожаре в помещении должны находиться пожарные извещатели (дымовые, фотоэлектрические).

Утечка газа может возникнуть при неисправности шлангов, по которым передвигается газ. Газы воспламеняемы, поэтому утечка газа тоже может привести к возникновению пожара.

Должна быть разработана инструкция и проведен инструктаж действий.

Газовые сосуды хранения газов желательно располагать вне помещения. При неисправности системы трубопроводов необходимо перекрыть вентиль сосуда хранения.

При утечке газа нужно исключать действия, вызывающие искрение и повышение температуры воздуха. Следует также хорошо проветрить

помещение

Найти утечку газа можно несколькими методами:

- По запаху
- Мыльной эмульсией

**Вывод:**

В данном разделе ВКР проведен анализ проекта с точки зрения социальной ответственности за моральные, общественные, экономические, экологические возможные негативные последствия. Работы выполнены в соответствии с нормативными документами и требованиями.

## Список использованной литературы

1. Аналитическая химия. Методы идентификации и определения веществ: учебник / Под редакцией Л.Н. Москвина. – СПб.: Издательство «Лань», 2019. – 584 с.
2. Гиндуллина Т.М. Хроматографические методы анализа: учебно-методическое пособие / Т.М. Гиндуллина, Н.М. Дубова. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2010. – 80 с.
3. Спектральные методы анализа. Практическое руководство: учеб. пособие / В.И. Васильева, О.Ф. Стоянова, И.В. Шкутина, С.И. Карпов, В.Ф. Селеменев, В.Н. Семенов. – СПб.: Издательство «Лань», 2014. – 416 с.
4. Физико-химические методы исследования и анализа: учеб. пособие / Е.И. Короткова, Т.М. Гиндуллина, Н.М. Дубова, О.А. Воронова. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2011. – 177 с.
5. Ахметов С.А. Технология глубокой переработки нефти и газа/ С.А.Ахметов. – Уфа: Гилем, 2002. – 672 с.
6. Черножуков Н.И. Технология переработки нефти и газа/ Под редакцией А.А. Гусева и Б.И. Бондаренко. – М.: Химия, 1978. – 424 с.
7. Химия нефти: учеб. пособие / В.Д. Рябов, Р.З. Сафиева, Г.Н. Гордадзе, Л.В. Иванова, НА. Сокова, О.Б. Чернова, И.А. Бронзова, М.В. Гируц. – М.: РГУ нефти и газа им. И.М. Губкина, 2008. – 100 с.
8. Пашигрева А.В. Влияние условий термообработки на активность катализатора глубокой гидроочистки дизельных фракций  $\text{CoMo}/\text{Al}_2\text{O}_3$  / А.В. Пашигрева, Г.А. Бухтиярова, О.В. Климов, Г.С. Литвак // Кинетика и катализ. – 2008. – №6. – С. 855-864.
9. Гилязова В.Р. Методы окислительного обессеривания в приложении к дизельному топливу производства ЗАО «Ванкорнефть» / В.Р. Гилязова, Н.Ф. Орловская // Защита окружающей среды в нефтегазовом комплексе. – 2013. – №10. – С. 53-56.



10. Maylin M.V. Development of a Mathematical Model for Calculating the Cetane Number of Diesel Fuel Based on Their Hydrocarbon Composition and Intermolecular Interactions of Mixture Components / M.V. Maylin, E.V. Frantsina, A.A. Grinko // Combustion science and technology. – 2019.
11. Масс-спектрометрия: [Электронный ресурс]. URL: [https://portal.tpu.ru/SHARED/s/SHAGALOV/KNU/Преподаватели/9\\_Mass.pdf](https://portal.tpu.ru/SHARED/s/SHAGALOV/KNU/Преподаватели/9_Mass.pdf). (Дата обращения: 19.05.2020).
12. Литвинова А.Э. Исследование каталитической активности промотированных ультрадисперсных порошков железа в синтезе жидких углеводородов по методу Фишера-Тропша / А.Э. Литвинова. Томск: ТПУ, 2016, – 54 с.
13. Касаткин, А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии / А.Г. Касаткин. – М.: ООО «Издательский дом Альянс», 2015. – 753с.
14. Ким А.М. Органическая химия: учеб. пособие / А.М. Ким – Новосибирский государственный педагогический университет. – 4-е изд. испр. и доп. - Новосибирск: Сибирское унив. изд-во, 2004. – 842с.
15. Стась, Н. Ф. Справочник по общей и неорганической химии: учеб. пособие для прикладного бакалавриата / Н. Ф. Стась. - 4-е изд. - М.: Изд-во Юрайт, 2018. - 92с.
16. Баннов П.Г. Процессы переработки нефти / П.Г. Баннов. – М.: ЦНИИТ Энефтехим, 2001. – 625с.
17. Федеральный закон от 17.07.1999 N 181-ФЗ "Об основах охраны труда в Российской Федерации" // Собрание законодательства РФ.
18. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы (с изменениями на 21 июня 2016 года). - М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2003. – 56с.

19. ГОСТ 12.0.003-2015 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Опасные и вредные производственные факторы. Классификация. - М.: ИПК Издательство стандартов, 2017. – 16 с.
20. СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений. - М.: Информационно-издательский центр Минздрава России, 1997. – 20с.
21. ТОИ Р-45-084-01 «Типовая инструкция по охране труда при работе на ПК» от 02.07.2001 N 162
22. ГОСТ 12.1.038-82. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов (с Изменением N 1). - М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. - 7с.
23. СНиП 23-05-95\*. Естественное и искусственное освещение (с Изменением N 1). - М.: Госстрой России, ГУП ЦПП, 2003. – 107с.
24. ГОСТ 12.1.003-2014. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Шум. Общие требования безопасности. - М.: Стандартинформ, 2015. – 28с.
25. СНиП 21-01-97\*. Пожарная безопасность зданий и сооружений (с Изменениями N 1, 2). - М.: ГУП ЦПП, 2002. – 38с.
26. Федеральный закон от 28.12.2013 N 426-ФЗ "О специальной оценке условий труда" // Собрание законодательства РФ.
27. Ибрагимов Г.З. Техника и технология добычи и подготовки нефти и газа / Г.З. Ибрагимов, В.Н. Артемьев В.Н – М.: МГОУ, 2005. – 243с.
28. Семакина О.К. Машины и аппараты химических производств. Ч. 1: учеб. пособие / О.К. Семакина. – Томск: Изд-во Томского Политехнического университета, 2003. - 118с.

## Приложение А

### (справочное)

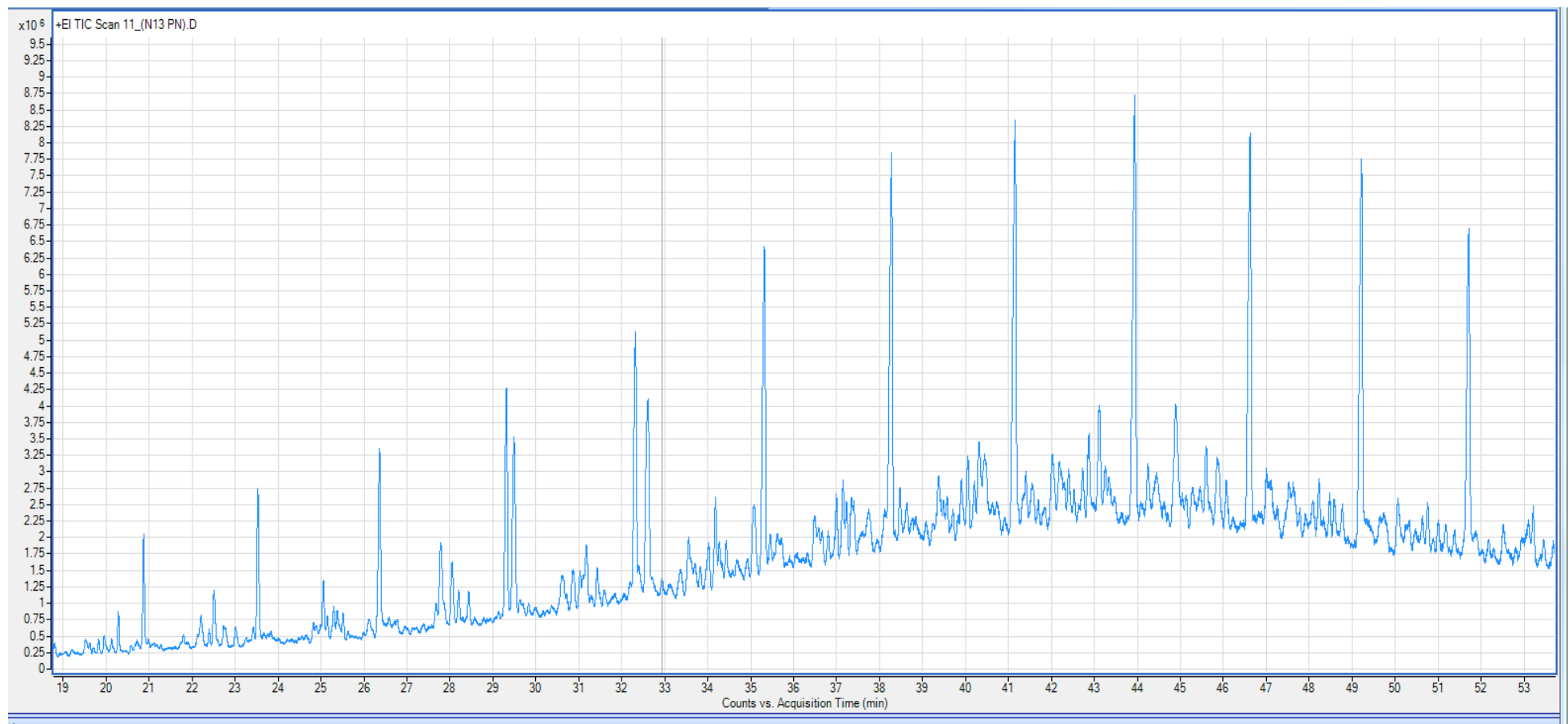


Рисунок А.1 – Хроматограмма атмосферного газойля до проведения процесса гидроочистки

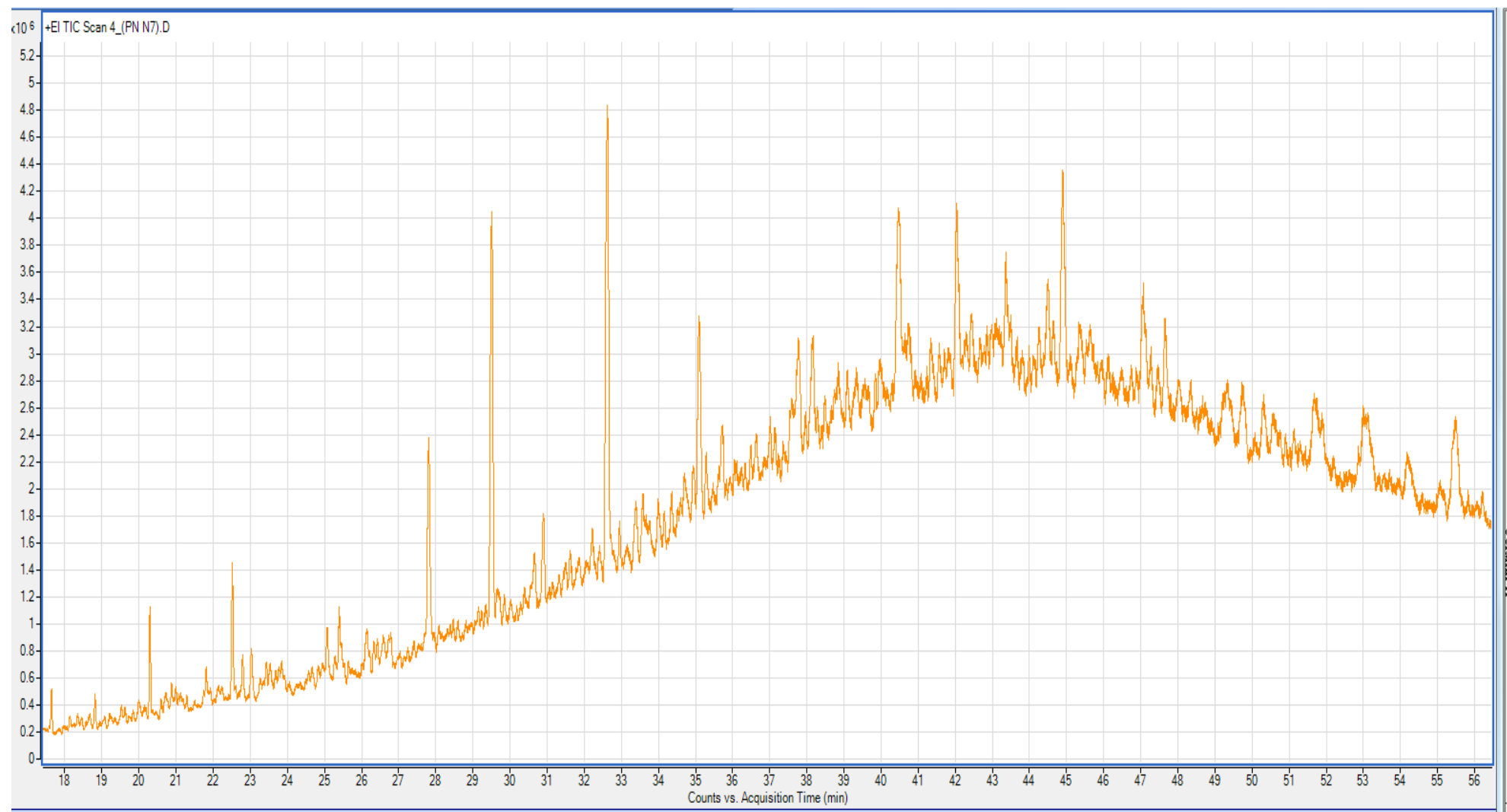


Рисунок А.2 – Хроматограмма атмосферного газойля после проведения процесса гидроочистки

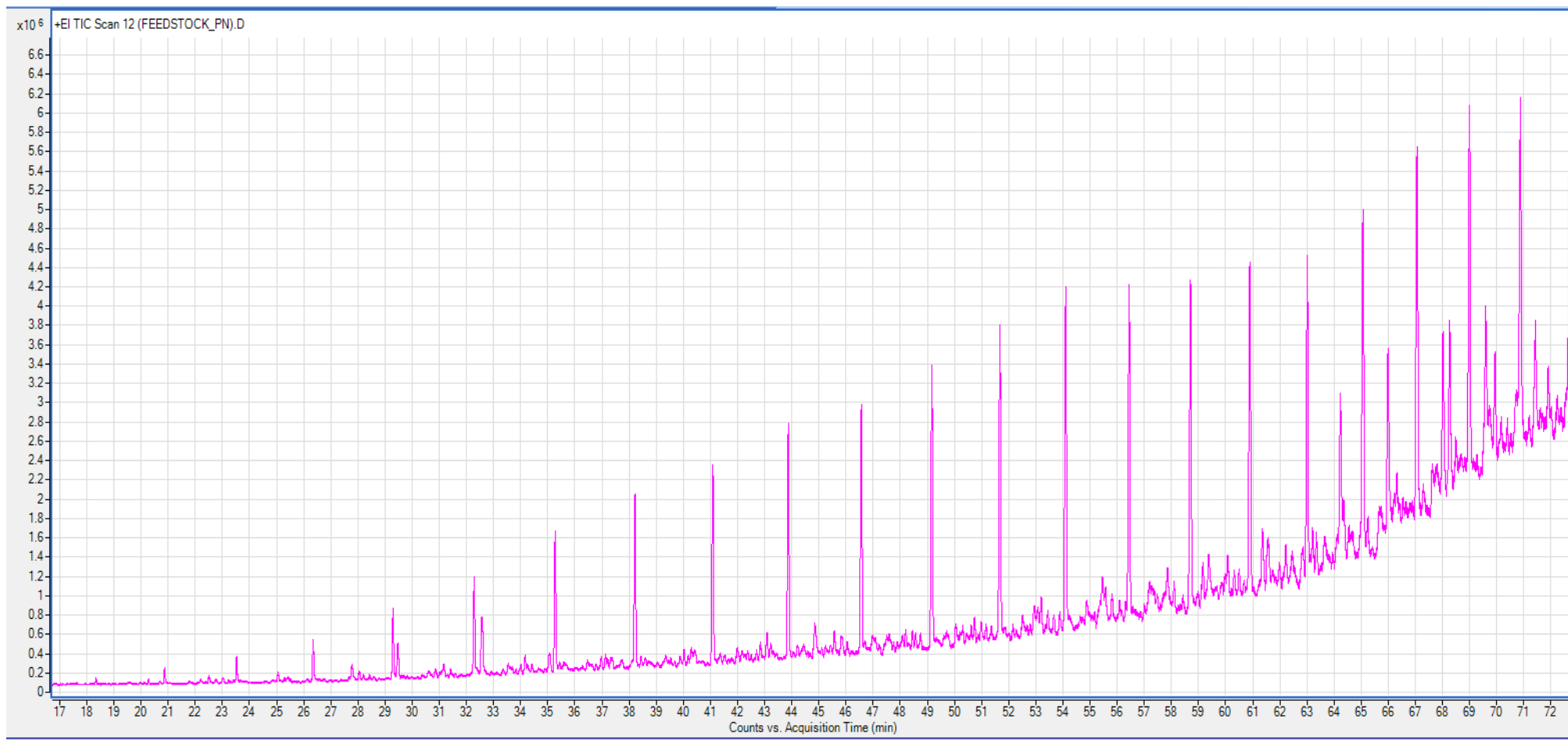


Рисунок А.3 – Хроматограмма вакуумного газойля до проведения процесса гидроочистки

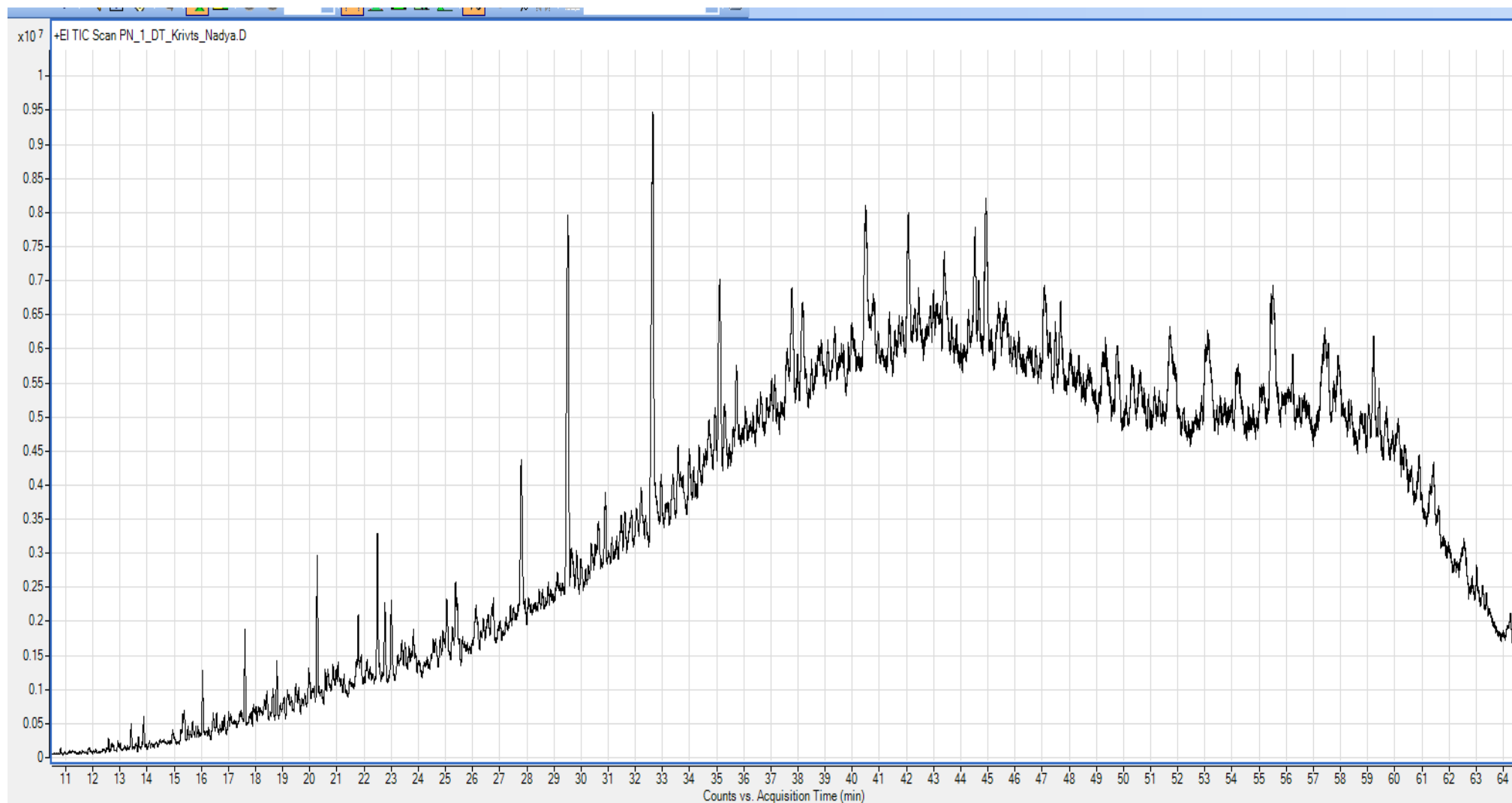


Рисунок А.4 – Хроматограмма вакуумного газойля после проведения процесса гидроочистки

## Приложение Б

(справочное)

Таблица Б.1 – Календарный график проведения работ

Основные этапы	Должность	Сентябрь	Октябрь	Ноябрь	Декабрь	Январь	Февраль	Март	Апрель	Май	Июнь
Составление и утверждение технического задания	Руководитель										
Выбор направления исследований	Инженер										
Обзор современных методов исследований по выбранному направлению	Инженер										
Календарное планирование работ по теме	Руководитель										
Теоретическое обоснование и выбор метода анализа	Руководитель										

Продолжение таблицы Б.1

Проведение эксперимента и хроматомасс-спектрометрического анализа	Инженер									
Составление результатов проведенного анализа	Инженер									
Оценка эффективности проведенных исследований	Руководитель									
Определение целесообразности проведения ВКР	Инженер									
Разработка хроматомасс-спектрометрического анализа и его компьютерная реализация	Инженер									
Оценка эффективности	Инженер									
Сбор информации по охране труда	Инженер									



Продолжение таблицы Б.1

Подбор данных для выполнения экономической части работы	Инженер										
Составление пояснительной записки	Инженер										
Сдача работы на рецензию	Инженер										
Предзащита	Инженер, руководитель										
Подготовка к защите дипломной работы	Инженер										
Защита дипломной работы	Инженер, руководитель										